

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS GEOLÓGICAS
Departamento de Geodinámica



TESIS DOCTORAL

Transporte de gas en materiales de barrera

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Vanesa Gutiérrez Rodrigo

Directores

María Victoria Villar García
Pedro Luis Martín Martín

Madrid
Ed. electrónica 2019

© Vanesa Gutiérrez Rodrigo, 2018

Universidad Complutense de Madrid

Facultad de Ciencias Geológicas



Tesis doctoral

Transporte de gas en materiales de barrera

Vanesa Gutiérrez Rodrigo

Madrid, 2018



GOBIERNO
DE ESPAÑA

MINISTERIO
DE ECONOMÍA, INDUSTRIA
Y COMPETITIVIDAD

Ciemat

Centro de Investigaciones
Energéticas, Medioambientales
y Tecnológicas

Dirigida por:

María Victoria Villar Galicia

Pedro Luis Martín Martín

Unidad de Geología Ambiental - Departamento de Medioambiente
CIEMAT

Universidad Complutense de Madrid

Facultad de Ciencias Geológicas

Departamento de Geodinámica



TESIS DOCTORAL

Transporte de gas en materiales de barrera

Memoria presentada para optar al Grado de Doctora en Geología

Vanesa Gutiérrez Rodrigo

Directores:

María Victoria Villar Galicia

Dpto. de Medioambiente - CIEMAT

Pedro Luis Martín Martín

Dpto. de Medioambiente - CIEMAT

Tutor UCM:

Meaza Tsige

Madrid, 2018

A mis padres

y a Juanvi

“L’essentiel est invisible pour les yeux”

Le Petit Prince



Agradecimientos

Llegados a este punto, en el que esta carrera de fondo llega a su fin, quiero expresar el enorme agradecimiento que siento a aquellas personas que han hecho posible y más llevadero su largo e incesante recorrido.

En primer lugar, quería dar las gracias a mis directores María Victoria y Pedro Luis por darme la oportunidad de iniciar este proyecto de tesis y permitirme trabajar a su lado, codo con codo, durante todos estos años. En concreto, a María Victoria por la confianza depositada en mí desde el primer día, su orientación, atención y apoyo, además de una excelente compañera de viaje, permitiéndome participar de manera activa en reuniones y congresos donde quiera que fuesen. A Pedro Luis, agradecerle enormemente toda su confianza y comprensión, por su inestimable ayuda, haciendo fácil lo difícil, además de su eterna paciencia en los momentos de desesperación absoluta. Muchísimas gracias a los dos, os estoy muy agradecida.

También quería agradecer enormemente el apoyo y ayuda recibida por parte del resto de componentes del grupo: Javier, Juan, Rocío, Ana, Roberto, Rubén, Carlos, Gemma y Beatriz. En especial, a Javier y Juan que tanto me han enseñado y ayudado en el laboratorio. Sin duda, son gran parte de este trabajo. A Rocío y Ana M. G. por ayudarme con los análisis porosimétricos y a Luis G. por prestarme su apoyo con los análisis de DRX.

Por supuesto, a todo el edificio 19 (Javi, Belén, Juanma, Roberto, Alicia, Ana M., Ana Esther, Ana M. F., Paloma, María Jesús, Antonio, Lorenzo y Elena) y a Pilar y Teresa, que desde el primer día me abrieron sus puertas, acoguéndome y ofreciéndome toda su ayuda y apoyo. Les estoy realmente agradecida.

Agradecer especialmente a Lyesse y a Alessio por abrirme las puertas durante mi estancia en Laussane y darme la oportunidad de trabajar en su equipo, además de aquellos que me han ayudado a mejorar este trabajo con sus sugerencias como Marcelo o Xavi. En la Facultad de Geológicas, agradecer a Meaza su completa disposición y ayuda en la gestión de los trámites.

A mis compañeros del CIEMAT, Cecilia, Ana, Henar, Nay, Sofía, Marta, María, Pepín, José, David, Bea y Cristóbal, por todos los buenos e imprescindibles ratos que pasamos juntos. Mención especial tiene Natalia, que me ha aportado tantísimo a nivel profesional como personal.

Quiero agradecer enormemente a Luis, María José y Patricia porque sin ellos no hubiera dado ese gran paso que supuso el inicio de esta Tesis en Madrid. Desde la distancia he recibido su apoyo y ayuda además de sus valiosos consejos.

Aunque en una etapa posterior, quiero agradecer el cariño recibido por la gente del “Retiro” (Carmen L., Alicia, Víctor, Héctor, Carmen F., Laura G., María, Rafa, Helena, Nati, Almudena, Sergio S., Elena, Sergio L., María José, Rubén y Juan), en especial a María Ángeles, Rosa y Laura C. por todos esos buenos momentos que vivimos juntas.

También quiero dar las gracias a todas aquellas personas que me han apoyado infinitamente desde la distancia como son mi grupo de “Geocolegas” de Zaragoza y, mis amigas de Fraga, Cristina, Ana P., Ana G., Pili, Marta, Miryam y Ruth.

Quiero aprovechar también la oportunidad que me brindan estas líneas para agradecer a toda mi familia su apoyo incondicional en el transcurso de este trabajo. En especial, a mi familia adoptiva madrileña, a Lola y Juan por tratarme como a una hija, a Javi y a Víctor por arrancarme siempre una sonrisa y, a mi cuñaita María, a la que adoro. Por supuesto, a mis sobrinos Belén, Jorge y Juan a los que quiero con locura y me han enseñado mucho sobre mí.

A mis hermanos, Sergio y José Antonio, aunque con ellos sobran las palabras, agradecerles el simple hecho de estar ahí y, a Cristina porque ya es para mí otra hermana más. A mi sobrina Bior que nos llenó de tanta alegría con su llegada 😊

Sobre todo, agradecer a mis padres su apoyo incondicional en todos mis proyectos de vida. Son para mí los sólidos pilares que soportan mi día a día. Gracias por ser como sois.

Por último, pero no por ello menos importante, a mi compañero de viaje y carreras, Juanvi, sin él, esto no sería posible. Muchas gracias por hacerme ser mejor persona.

En definitiva, GRACIAS a todas aquellas personas que de una manera u otra han sido partícipes de este trabajo, aunque no queden explícitamente citadas en este apartado.

Contenido

Resumen.....	<i>i</i>
Abstract.....	<i>v</i>
Abreviaciones	<i>ix</i>
Acrónimos	<i>x</i>
Capítulo 1. Introducción	<i>1</i>
1.1. Marco de la tesis: el almacenamiento geológico profundo	<i>3</i>
1.1.1. Tipos de residuos radiactivos y opciones de gestión	<i>4</i>
1.1.2. Almacenamiento geológico profundo de RRAA.....	<i>5</i>
1.1.3. El proyecto FORGE	<i>12</i>
1.2. Objetivos y motivaciones	<i>15</i>
1.3. Estructura de la memoria	<i>17</i>
1.4. Otras aplicaciones.....	<i>18</i>
1.5. Publicaciones.....	<i>19</i>
1.5.1. Revistas indexadas y capítulos en libros	<i>19</i>
1.5.2. Informes técnicos	<i>19</i>
1.5.3. Congresos	<i>20</i>
1.5.4. Procedimientos experimentales	<i>21</i>
1.5.5. Reuniones de proyecto y seminarios	<i>21</i>
Capítulo 2. Marco teórico e histórico	<i>23</i>
2.1. Propiedades de los materiales de barrera	<i>25</i>
2.1.1. Materiales de sellado y relleno: bentonitas	<i>25</i>
2.1.2. Rocas almacén	<i>30</i>
2.2. Mecanismos de generación de gas	<i>31</i>
2.3. Mecanismos de transporte de gas	<i>34</i>
2.3.1. Transporte de gas disuelto en el agua	<i>36</i>
2.3.2. Transporte de gas como fase independiente	<i>37</i>
2.4. Estudio del transporte de gas en el marco del AGP	<i>46</i>
2.4.1. Transporte de gas en materiales de sellado	<i>47</i>
2.4.2. Transporte de gas en barreras naturales	<i>62</i>
2.4.3. Ensayos en interfases.....	<i>73</i>
2.4.4. Resumen	<i>75</i>
Capítulo 3. Materiales.....	<i>79</i>
3.1. Bentonitas FEBEX y MX-80	<i>81</i>
3.2. Arcilla Opalinus	<i>86</i>

Capítulo 4. Metodología	89
4.1. Ensayos de permeabilidad al gas en bentonita.....	91
4.1.1. Preparación y montaje de las muestras.....	91
4.1.2. Equipo experimental.....	94
4.1.3. Procedimiento experimental	102
4.1.4. Cálculo de la permeabilidad al gas.....	105
4.2. Ensayos de <i>breakthrough</i> en bentonita	108
4.2.1. Preparación y montaje de las muestras.....	108
4.2.2. Equipo experimental.....	110
4.2.3. Procedimiento experimental	113
4.2.4. Cálculo de la permeabilidad al gas.....	118
4.3. Ensayos de <i>breakthrough</i> en junta granito/bentonita	123
4.3.1. Preparación y montaje de la muestra	123
4.3.2. Equipo experimental.....	124
4.3.3. Procedimiento experimental	125
4.3.4. Cálculo de la permeabilidad al gas.....	126
4.4. Ensayos de permeabilidad al gas en Opalinus	127
4.4.1. Preparación y montaje de las muestras.....	127
4.4.2. Equipo experimental.....	129
4.4.3. Procedimiento experimental	130
4.4.4. Cálculo de la permeabilidad al gas.....	132
4.5. Desmontaje y análisis post mortem.....	133
4.5.1. Desmontaje de ensayos	133
4.5.2. Porosimetría por intrusión de mercurio	136
4.5.3. Difracción de rayos X	139
Capítulo 5. Resultados y discusión.....	141
5.1. Permeabilidad en muestras no saturadas	143
5.1.1. Permeabilidad en muestras de bentonita FEBEX.....	146
5.1.2. Permeabilidad en muestras de bentonita MX-80	151
5.1.3. Comparación de permeabilidades (FEBEX y MX-80).....	161
5.1.4. Análisis del efecto Klinkenberg	165
5.2. Proceso de <i>breakthrough</i>	169
5.2.1. Tipos de <i>breakthrough</i>	182
5.2.2. Entrada de gas previa al episodio de <i>breakthrough</i>	185
5.2.3. Relación presión <i>breakthrough</i> / densidad seca / presión hinchamiento	190
5.2.4. Presión residual.....	192
5.2.5. Evolución temporal de los episodios de <i>breakthrough</i>	197
5.2.6. Influencia de las condiciones experimentales	199
5.2.7. Permeabilidad al gas tras el <i>breakthrough</i>	202
5.2.8. Cambios en las propiedades de las muestras durante los ensayos	210
5.2.9. Estado final de las muestras	215
5.3. Influencia de la presencia de interfases en la permeabilidad	229
5.3.1. Bentonita/bentonita	229
5.3.2. Granito/bentonita.....	242

5.4. Permeabilidad en la roca arcillosa Opalinus.....	251
5.4.1. Ensayo OPA 7	254
5.4.2. Ensayo OPA 9	255
5.4.3. Análisis de la permeabilidad	258
Capítulo 6. Conclusiones.....	261
6.1. Resumen y conclusiones	263
6.1.1. Consideraciones teóricas	263
6.1.2. Transporte de gas en bentonita no saturada.....	264
6.1.3. Transporte de gas en bentonita saturada.....	265
6.1.4. Papel de las interfases	269
6.1.5. Arcilla Opalinus	269
6.1.6. Transporte de gas en la barrera.....	269
6.2. Nuevas aportaciones	271
6.3. Perspectivas de futuro	273
Chapter 6. Conclusions	275
6.1. Outline and conclusions	277
6.1.1. Theoretical considerations	277
6.1.2. Gas transport in unsaturated bentonite	278
6.1.3. Gas transport in saturated bentonite	279
6.1.4. Interfaces function.....	282
6.1.5. Opalinus clay	282
6.1.6. Gas transport through the barrier	282
6.2. New contributions	284
6.3. Future prospects.....	286
Bibliografía.....	289
 Anexo I. Artículos	 A.1
Anexo II. Procedimiento	A.19
Anexo III. Parámetros de ajuste	A.47
Anexo IV. Ensayos de breakthrough en muestras de bentonita FEBEX sin interfase	A.49
Anexo V. Ensayos de breakthrough en muestras de bentonita FEBEX con interfase	A.150

Resumen

Transporte de gas en materiales de barrera

El almacenamiento geológico profundo (AGP) es la solución que internacionalmente está aceptada como más segura y viable para la gestión final de los residuos radiactivos de alta actividad. El diseño incluye una serie de barreras naturales, compuestas por la roca almacén, y de ingeniería, constituidas por el contenedor metálico y un material de sellado situado alrededor de los contenedores que contienen dichos residuos con el fin de mantenerlos aislados de la superficie. Los materiales escogidos habitualmente para el sellado de los contenedores son arcillas de naturaleza bentonítica debido a sus características, entre las cuales cabe destacar sus propiedades de retención, su elevada capacidad de hinchamiento y su baja permeabilidad.

La desintegración de los residuos radiactivos en el contenedor producirá un aumento de la temperatura que inducirá un gradiente térmico en la barrera de bentonita a la vez que el agua subterránea tenderá a fluir dentro de ella. Como consecuencia, tendrán lugar una serie de procesos térmicos, hidráulicos, mecánicos y geoquímicos acoplados durante un periodo transitorio en la vida del almacén. Uno de los procesos que pueden tener lugar y que constituye el objeto principal de este trabajo de Tesis doctoral es el transporte de los gases generados en el entorno de los residuos a través de las barreras. Los gases producidos en el interior del repositorio son principalmente hidrógeno, metano y dióxido de carbono, y pueden proceder de diferentes fuentes tales como la corrosión anaeróbica de metales, la degradación microbiana de restos orgánicos y la radiólisis del agua.

Es de primordial importancia la comprensión y la cuantificación adecuadas de los procesos que tienen lugar en el entorno próximo al almacenamiento para su evaluación a largo plazo. Sin embargo, el funcionamiento integrado del almacenamiento, en particular, las propiedades del transporte de gas a través de las barreras y de la roca encajante no se conocen todavía lo suficiente.

En un almacenamiento de residuos radiactivos, la generación de gas se superpondrá inicialmente con el proceso de saturación de la barrera. Durante el periodo de saturación, la barrera parcialmente saturada facilitará el escape de gas evitando la sobrepresión, porque la permeabilidad al gas de la bentonita no saturada es relativamente alta. En general, se acepta que el mecanismo más eficaz para el transporte de un fluido en la matriz de un material poroso (con participación de macroporosidad de algún tipo) es el flujo advectivo (de Darcy) a través de poros interconectados. Este sistema de poros no es, en materiales naturales, estático, sufriendo cambios importantes al ser sometido a procesos de consolidación (compactación) y/o humectación (saturación o secado). Por tanto, el flujo de gas se verá afectado por las variables que afecten al sistema de poros: densidad seca (compactación), succión (grado de saturación), presión confinante (consolidación), presión de gas, etc. En el caso de una barrera de ingeniería, el transporte de gas podría tener lugar principalmente por caminos preferentes, como los que constituyen las juntas entre los bloques de bentonita compactada o las interfases entre los diferentes componentes de una

barrera de ingeniería, así como a lo largo de la interfase entre el material de sellado y la roca almacén.

Simultáneamente se producirá también el transporte difusivo del gas disuelto en el agua de poro de la bentonita, aunque actualmente se tiene la certeza de que el transporte difusivo de gas disuelto es muy lento en comparación con la velocidad a la que se generará el gas, por lo que puede llegar a ser insuficiente para disipar el volumen de gas generado, produciéndose un incremento de presión en el entorno entre el contenedor y barrera de bentonita que será mayor cuanto más saturada esté la barrera.

Tras la completa saturación de la barrera de bentonita, el gas generado se acumulará hasta alcanzar una presión umbral, dependiendo de las condiciones locales, a partir de la cual se producirá el transporte de gas mediante la apertura temporal de caminos. Hasta alcanzar dicha presión umbral o de *breakthrough* el gas sólo podrá transportarse a través de su disolución en el agua según se ha comentado en el párrafo anterior. Cuando esa presión umbral se alcance, se formarán caminos preferentes de paso de gas cuyo tamaño será función de la presión local del gas y de las restricciones estructurales en la arcilla. Dichos caminos se cerrarán cuando la presión de gas caiga por debajo de una presión concreta, denominada presión residual. Mientras los caminos permanezcan cerrados, la presión de gas se irá acumulando otra vez en la interfase entre el contenedor y la barrera de bentonita hasta alcanzar una nueva presión umbral. Por lo tanto, el gas generado se irá transportando al exterior de manera cíclica, regulado por la apertura y cierre de caminos preferentes de paso de gas controlados, a su vez, por el valor de presión alcanzando.

Si el almacenamiento está construido en roca arcillosa, una vez que el gas generado alcance la interfase entre el material de sellado y la roca almacén, su transporte puede tener también lugar a través de ella mediante mecanismos similares a los descritos para la barrera saturada incorporando el efecto de la anisotropía y de la red natural de fracturación.

Al tratarse de formaciones de baja permeabilidad, la generación y consiguiente acumulación de gas durante largos periodos de tiempo puede contribuir al desarrollo de presiones de gas elevadas que comprometerían el correcto funcionamiento del almacén, por ejemplo, ocasionando una fracturación temporal de la barrera y, como consecuencia, afectando a la seguridad de este. Para garantizar que las fases gaseosas liberadas no afecten a la operación y las funciones del almacén es necesario estudiar el movimiento de los gases a través de la estructura del repositorio, determinar la magnitud de los efectos producidos, y considerarlos tanto en su diseño como en los cálculos que evalúan el riesgo.

En este contexto, el principal objetivo de este trabajo es el de mejorar el conocimiento existente sobre los procesos de transporte de gas en los medios porosos que componen las barreras de ingeniería y naturales en condiciones similares a las reales en un almacén geológico profundo durante su vida operativa. Para ello, se ha estudiado el transporte de gas a través de diferentes materiales a escala de laboratorio. Los ensayos de laboratorio permiten entender procesos a pequeña escala bajo condiciones controladas y con posibilidad de fijar condiciones de contorno estables, que simulen en lo posible, el impacto que sufrirá el almacén a largo plazo debido a las condiciones de contorno a las que se verá expuesto.

El trabajo realizado durante esta Tesis se enmarcó dentro del proyecto FORGE, perteneciente al 7º Programa Marco del EURATOM, en el que CIEMAT estudió el transporte de gas en materiales de barrera (bentonita FEBEX y MX-80) y rocas encajantes de composición granítica y arcillosa (arcilla Opalinus). La fase gaseosa utilizada en los ensayos ha sido nitrógeno seco.

Se han llevado a cabo dos tipos básicos de ensayos: (1) los ensayos de medida de permeabilidad al gas en muestras no saturadas mediante permeámetros tanto de carga variable como de carga fija y, (2) los ensayos de breakthrough, diseñados y realizados en un equipo específico, para determinar la presión de paso de gas o presión de breakthrough a través de muestras saturadas. Estos ensayos proporcionan información sobre las propiedades de transporte de gas en las diferentes muestras y de cómo los parámetros obtenidos se ven afectados en función de las variables de las mismas (humedad, grado de saturación, densidad, diámetro y altura).

Los trabajos realizados en esta Tesis han mostrado que el transporte de gas en una barrera de bentonita compactada tiene lugar mediante flujo bifásico en muestras no saturadas, que se produce sin modificación de la estructura porosa mientras que, en estados saturados, el flujo de gas sucede mediante apertura y dilatación de trayectorias.

En las bentonitas estudiadas (FEBEX y MX-80) el modelo de flujo bifásico tiene lugar para grados de saturación por debajo del 97-98 %. La permeabilidad efectiva disminuye conforme aumenta la densidad seca y el grado de saturación, hasta en tres órdenes de magnitud para densidades secas entre 1,40 g/cm³ ($S_r \sim 25\%$) y 1,80 g/cm³ ($S_r \sim 97\%$ para la bentonita FEBEX y $S_r \sim 98\%$ para la MX-80). Existe una buena correlación entre la porosidad accesible, e ($1 - S_r$), y la permeabilidad efectiva, siendo esta última inferior en la bentonita MX-80 por su granulometría más fina y homogénea. Sin embargo, ambas bentonitas presentan semejante permeabilidad al agua en muestras de igual densidad seca debido a la homogeneización de la porosidad durante el proceso de saturación. En cuanto a las condiciones de contorno (presión de inyección y presión confinante), no parecen tener efecto sobre la permeabilidad en los rangos de presión efectiva analizados, que han estado comprendidos principalmente entre 300 y 800 kPa.

Para grados de saturación superiores a los anteriormente citados, es decir, para muestras prácticamente saturadas, predomina el mecanismo de transporte de gas mediante apertura y dilatación de caminos. El valor de presión de entrada de gas en la bentonita es superior a la presión de hinchamiento y parece ser inferior a la presión necesaria para fracturar macroscópicamente el material. La relación entre presión de hinchamiento y presión de *breakthrough* es una de las cuestiones sin clarificar en las investigaciones previas, por lo que esta observación es de gran relevancia, pero su validez está limitada a las condiciones experimentales: material confinado y sin posibilidad de deformación macroscópica. La estabilidad de las trayectorias depende del grado de saturación y de la densidad seca de las muestras. En las muestras de bentonita parcialmente saturada, los caminos de paso de gas son estables en el tiempo y, por lo tanto, para un gradiente de presión concreto el flujo de gas es también estable. Sin embargo, en las muestras de bentonita completamente saturadas, en las cuales es necesario aplicar una presión de gas mucho más elevada para inducir el flujo de gas (presión de *breakthrough*), cuando el gradiente de presión cae por debajo de cierto valor (presión residual) el flujo cesa, lo que se interpreta como el cierre de

caminos para flujo de gas. En cuanto se vuelve a aumentar el gradiente de presión, y se vuelve a alcanzar el siguiente valor de presión de *breakthrough*, se reanuda el flujo de gas a través de la muestra. Este comportamiento cíclico puede ser interpretado como una apertura y cierre de los caminos preferentes de paso de gas previamente abiertos, controlados a su vez por el valor de presión alcanzado, que en el caso de un almacenamiento real vendría dado por el volumen de gas generado acumulado. Aun así, la permeabilidad efectiva de estas muestras próximas a la completa saturación, en las que el transporte de gas se produce por vías preferentes, es varios órdenes de magnitud menor que la de muestras no saturadas de la misma densidad.

En el almacén se producirá la rehidratación continua de la bentonita y, por lo tanto, los caminos abiertos durante un periodo de transporte de gas se sellarían con el aporte de agua exterior, por lo que esas trayectorias forzadas no permanecerían abiertas y no supondrían caminos preferenciales para el transporte de radionucleidos en al agua subterránea.

En esta Tesis se ha analizado el papel de las interfases entre bloques de bentonita en el transporte de gas, para lo que se realizaron ensayos del mismo tipo a los mencionados anteriormente, pero en muestras constituidas por dos bloques de bentonita sellados por efecto de la saturación. Se ha llegado a la conclusión de que las interfases existentes entre los bloques de bentonita no supondrán caminos preferentes de paso de gas una vez saturada la barrera de ingeniería, necesitándose valores de presión de *breakthrough* elevados y semejantes a los esperados en bloques intactos para que se produzca el flujo de gas. Sin embargo, en el contacto entre la barrera de ingeniería y la roca encajante compuesta de granito, se necesitarán presiones mucho más bajas para que se establezca un flujo de gas, por lo que esta interfase sí podría representar un camino preferente de paso de gas. Es esperable que las presiones de gas máximas se localicen en el entorno del contenedor y se vayan disipando conforme se avance hacia la periferia, por lo que una vez llegue el gas a la interfase con la roca almacén, su transporte se producirá preferentemente a lo largo de esta interfase, con lo que el gas se evacuará fuera de las galerías a través del material de relleno que cierra las galerías, cuya permeabilidad al gas es, por diseño del sistema de barreras, elevada. De esta forma se evitarán las sobrepresiones en el sistema de barreras una vez que el gas llegue a la interfase entre el material de sellado y la roca almacén. El transporte de gas a lo largo de esta interfase quedaría garantizado por la muy baja permeabilidad al gas de la posible roca almacén, según se ha comprobado en los ensayos realizados en esta Tesis, tanto del granito como de la roca arcillosa Opalinus (con presiones de *breakthrough* superiores a 18 MPa).

Abstract

Gas transport in barrier materials

Geological disposal is the preferred, internationally accepted option for wastes with high levels of radioactivity. The concept invokes a series of barriers, both engineered and natural, between the waste and the surface that act in concert to contain the wastes. Bentonites or bentonite-based materials have frequently been proposed to construct the buffer around the waste container because of their high retention capacity, high swelling ability and low permeability.

The heat released by the waste will induce a thermal gradient through the bentonite barrier, while groundwater will tend to flow into it. As a consequence, coupled thermal, hydraulic, mechanical and geochemical processes will take place during the transient period of the repository life. One of those processes, which is the main subject of this Thesis, is the transport of the generated gases through the system of barriers. Gas will be generated within the repository by several mechanisms, such as the anaerobic corrosion of metals, the microbial degradation of organic wastes and the radiolysis of water, which generate hydrogen, oxygen, methane and carbon dioxide.

It is of paramount importance to understand and quantify the processes that take place in the close surroundings of the repository for its long-term evaluation. However, the precise mechanisms which control the gas entrance, gas flow and pathway sealing in this kind of media are not completely understood and it is unclear whether the pathways footprint that are opened and closed would damage permanently the hydromechanical characteristics of the barrier.

In a radioactive waste repository, gas generation will overlap with the saturation of the clay barrier. During this period, the partially saturated barrier may allow gas flow due to the high permeability of unsaturated bentonite, avoiding gas overpressure building up. Advective flow through interconnected pores is generally accepted as the most efficient mechanism for the gas transport inside a porous material. In natural materials the configuration of the pore system is highly dynamic, suffering important changes whenever it is subjected to consolidation and/or humectation processes. Therefore, gas flow will be affected by characteristics of the porous media like dry density (compaction), suction (degree of saturation), confining pressure (consolidation), gas injection pressure, type of material, etc. In the case of the engineer barriers, gas transport could take place mainly through preferential pathways, like the joints between compacted bentonite blocks, interfaces between different components or along the interface between host rock and buffer material.

Simultaneously there will be a diffusive flow of the gas dissolved in the bentonite porous water, although this process will be much lower than the rate of gas generation. Therefore, the gas pressure around the canister will increase as the saturation of the barrier makes it less permeable.

After the complete saturation of the barrier, gas generated will increase up to a locally defined threshold or breakthrough pressure, from which gas flow will take place through temporary pathways. Once breakthrough pressure is reached, preferential pathways will be created. The size of these pathways would depend on gas local pressure and structural clay restrictions. These pathways would close once gas pressure decrease below a certain value, known as residual pressure. Meanwhile, gas pressure will increase again at the interface up to a new threshold pressure. Therefore, the gas generated will be transported outwards in a cyclic manner, regulated by the opening and closure of pathways, which will depend on the pressure reached.

If the repository is built in a clay host rock, once the generated gas reaches the interface between the sealing material and the host rock, it can be transported through this interface by similar mechanisms to those described for the saturated barrier, affected by the anisotropy effects and the natural fracture network characteristics.

Given the low permeability of the materials, gas generation and accumulation during long periods of time can contribute to the development of high pressures which would compromise the correct performance of the repository, for instance, producing a transient fracture in the barriers, affecting its security. Therefore, the study of gas transport through repository barriers is required to determine the magnitude of these effects and the need to accommodate them in the repository design and safety calculations.

In this context, the main objective of this study is to improve the existing knowledge about gas transport processes in the natural and engineering barriers porous media in similar conditions to the ones given in a deep geological repository. In order to do this, gas transport in different materials has been studied at laboratory scale. Laboratory tests permit understanding processes under controlled conditions and with the possibility of fixing stable boundary conditions emulating the long term impact at which the repository will be subjected.

This Thesis has been developed in the framework of the integrated, multidisciplinary EUROATOM project FORGE, which included the study of gas transport in different barrier materials (FEBEX and MX-80 bentonites) and granite and clay (Opalinus clay) host rocks. Laboratory tests were performed in order to determine gas permeability and *breakthrough* pressure as a function of dry density, water content and pressure in the mentioned buffer materials and their interfaces, as well as, host rock and interfaces between bentonite and granite. The gas used for all the tests was nitrogen at room temperature. Many of the results have been presented in conferences and published in scientific peer-review papers and technical reports.

Two different types of tests have been performed: (1) gas permeability tests in unsaturated samples with both unsteady-state and steady state permeameters and, (2) breakthrough tests in order to determine gas transport in saturated materials with specifically designed equipment. These tests provide information about gas transport properties in all the samples and about how different variables (water content, degree of saturation, density, diameter and height) affect the obtained parameters.

The work carried out in this Thesis has shown that gas transport in a compacted bentonite barrier would involve two-phase flow and microscopic pathway dilation for unsaturated and saturated samples respectively.

In FEBEX and MX-80 bentonites, two-phase flow takes place for degrees of saturation under 97-98 %. Effective permeability decreases up to five orders of magnitude as dry density and degree of saturation increase, for dry densities in the range between 1.40 g/cm³ ($S_r \sim 25\%$) and 1.80 g/cm³ ($S_r = 97\%$ for FEBEX bentonite and 98 % for MX-80). It was found that the effective permeability is mainly related to the accessible porosity, $e(1 - S_r)$. The gas effective permeability is lower in MX-80 bentonite due to its fine and homogenous granulometry. Nevertheless, both bentonites show similar water permeability in equal dry density samples, because of the porosity homogenization that takes place during the saturation process. Boundary conditions (injection and confining pressure) do not seem to have any effect on permeability in the effective pressure range analysed (300 to 800 kPa).

For saturation degrees over the ones mentioned above, i.e. practically saturated samples, gas transport mechanisms based in pathway opening and dilation prevail. The threshold pressure for gas entry into the bentonite was higher than the swelling pressure and seemed to be lower than the gas pressure required for fracturing (macroscopically) the material, since the samples were intact when the cells were dismantled. The relationship between swelling and breakthrough pressures is a very relevant observation because is an issue not clarified in previous studies. However, its validity is limited to the given experimental conditions: confined material without macroscopic deformation.

The stability of the pathways would depend on the degree of saturation and dry density of the samples. For partially saturated bentonite, the gas pathways seemed to be stable, since for a given hydraulic gradient there was a stable flow. However, in completely saturated samples of bentonite, in which it was necessary to apply a high pressure to induce flow (breakthrough pressure), when the pressure gradient dropped below a given value (residual pressure) the flow stopped, what is interpreted as the closing of the pathways. Upon again increasing the pressure gradient, and once the previous breakthrough pressure was reached, flow resumed. This can be interpreted as being due to the reversibility of the closing-opening of paths previously established. Nevertheless, the drop in effective gas permeability when approaching full saturation is of several orders of magnitude.

In a repository, if some desaturation of the samples occurred after gas flow, this would not impact the overall barrier performance, since there would be a continuous rehydration of bentonite, that would keep the barrier properties constant and, therefore, the pathways opened during gas transport would seal with the incoming water, avoiding radionuclides transport into the underground water through these pathways.

Similar tests as the aforementioned ones in bentonite blocks sealed by the saturation effect have been performed in order to analyse the role of interfaces between bentonite blocks on gas transport. It seems that the interfaces between bentonite blocks will not be preferential pathways for gas transport once the engineering barrier is saturated, because the breakthrough pressure values needed for gas flow along these interfaces was found to be similar to the ones expected in unaltered blocks of the same dry density. However, the contact between the engineering barrier and the granite host rock could become a

preferential pathway as much lower pressures are needed for gas transport along them. This has been evidenced by the low breakthrough pressures found in samples with bentonite/granite interfaces. It is expected that the maximum gas pressure builds up around the container and once gas arrives at the interface with the host rock it will flow through this interface into the backfill material that closes the galleries, whose gas permeability is high by the barrier system design. In this way overpressure will be avoided when gas arrives to the interface between the buffer material and the host rock. Gas transport along this interface would be also guaranteed by the very low permeability values of both granite and clay host rocks, as has been checked in the tests performed in this Thesis (with gas injection pressures higher than 18 MPa).

Abreviaciones

Los siguientes términos están, en general, explicados en su primera aparición, pero este es el listado completo y alfabético de todos ellos.

CIC	<i>Capacidad de intercambio catiónico</i>
e	<i>Índice de poros</i>
HR	<i>Humedad relativa de equilibrio</i>
k_{ef}	<i>Permeabilidad efectiva</i>
k_g	<i>Permeabilidad al gas</i>
$k_i (k_{iw} / k_{ig})$	<i>Permeabilidad intrínseca (agua / gas)</i>
$k_r (k_{rw} / k_{rg})$	<i>Permeabilidad relativa (agua / gas)</i>
k_w	<i>Permeabilidad al agua o conductividad hidráulica</i>
k_∞	<i>Permeabilidad medida a presión infinita con un líquido</i>
S_e	<i>Grado de saturación efectivo</i>
S_w o S_r	<i>Grado de saturación de la fase líquida</i>
S_{wr}	<i>Grado de saturación residual</i>
S_{ws}	<i>Grado de saturación máximo</i>
P	<i>Parámetro material relacionado con la presión de entrada de aire</i>
P_{atm}	<i>Presión atmosférica</i>
P_{av}	<i>Presión promedio para un intervalo de tiempo (Δt)</i>
P_b	<i>Presión de breakthrough</i>
P_c	<i>Presión capilar</i>
P_{dw}	<i>Presión de cola</i>
P_g	<i>Presión de gas</i>
P_m	<i>Presión promedio</i>
P_r	<i>Presión residual</i>
P_s	<i>Presión de hinchamiento</i>
P_{up} o P_{iny}	<i>Presión de inyección</i>
P_w	<i>Presión de agua</i>

Acrónimos

AGP	<i>Almacenamiento geológico profundo</i>
ANDRA	<i>Agence Nationale pour la gestion des Déchets RAdioactives (Francia)</i>
BGS	<i>British Geological Survey</i>
BSL	<i>Best Straight Line</i>
CIEMAT	<i>Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (Madrid)</i>
ENRESA	<i>Empresa Nacional de Residuos S.A. (Madrid)</i>
EURATOM	<i>European Atomic Energy Community</i>
FORGE	<i>Fate of Repository GasEs</i>
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
NAGRA	<i>Nationale Genossenschaft für die Lagerung radioaktiver Abfälle (Suiza)</i>
OCDE	<i>Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económico</i>
RRAA	<i>Residuos radiactivos de alta actividad</i>
RRBMA	<i>Residuos radiactivos de baja y media actividad</i>
SCK-CEN	<i>Studiecentrum voor Kernenergie – Centre d’Etude de l’énergie Nucléaire (Bélgica)</i>

Capítulo 1. Introducción

En el siguiente capítulo se pretende enmarcar el contexto de la tesis y exponer los motivos por los que se ha realizado dicho trabajo.

En el apartado **1.1** se explican las partes en las que está compuesto un **almacén geológico profundo** (AGP) y su funcionamiento a largo plazo. Se citan los principales procesos sometidos a estudio (**generación y transporte de gas**) que pueden tener lugar en dicho ámbito y que es necesario conocer para su correcta evaluación. Al final del apartado se describe el proyecto europeo **FORGE** en el marco del cual se ha realizado esta investigación.

En el apartado **1.2** se enumeran los **objetivos** perseguidos en este trabajo y su principal motivación.

En el apartado **1.3** se presenta de manera esquemática la **estructura** de la tesis.

En el apartado **1.4** se citan brevemente otras posibles **aplicaciones** en las que podrían ser utilizados los conocimientos adquiridos durante este trabajo.

En el apartado **1.5** se recogen todas las **publicaciones** realizadas durante la elaboración de esta tesis.

1.1. Marco de la tesis: el almacenamiento geológico profundo

El diseño de los almacenamientos geológicos profundos (AGP) de residuos nucleares incluye una serie de barreras naturales, compuestas por la roca almacén, y de ingeniería, constituidas por el contenedor metálico y un material de sellado situado alrededor de los contenedores que contienen dichos residuos con el fin de mantenerlos aislados de la superficie.

Los materiales escogidos para el sellado de los contenedores son arcillas de naturaleza bentonítica debido a sus características, entre las cuales cabe destacar sus propiedades de retención, su elevada capacidad de hinchamiento y su baja permeabilidad.

El comportamiento de los almacenamientos de residuos radiactivos de alta actividad queda determinado, en gran medida, por las características del diseño y la construcción de las barreras de ingeniería, y especialmente, por los cambios que puedan afectar a sus propiedades mecánicas, hidráulicas y geoquímicas como resultado de los efectos combinados del calor generado por la desintegración de los residuos radiactivos y el aporte de agua de las rocas circundantes.

Los residuos radiactivos en el contenedor producirán un aumento de la temperatura e inducirá un gradiente térmico a través de la barrera de bentonita a la vez que el agua subterránea tenderá a fluir dentro de ella. Como consecuencia, tendrán lugar una serie de procesos térmicos, hidráulicos, mecánicos y geoquímicos acoplados durante un periodo transitorio en la vida del almacén. Los modelos existentes predicen que la completa saturación de la barrera de bentonita se alcanzará antes de que se produzca la disipación completa del calor. Uno de los procesos que pueden tener lugar y que son el objeto principal de este trabajo de tesis doctoral es el transporte a través de las barreras de los gases generados en el entorno de los residuos. Los gases producidos en el interior del repositorio son principalmente hidrógeno, metano y dióxido de carbono, y pueden proceder de diferentes fuentes tales como la corrosión anaeróbica de metales, la degradación microbiana de residuos orgánicos y la radiólisis del agua. Tras el cierre del almacén, el oxígeno se irá consumiendo y se irán instaurando unas condiciones anaeróbicas.

Es de primordial importancia la perfecta compresión y la correcta cuantificación de los procesos que tienen lugar en el entorno próximo al almacenamiento para su correcta evaluación a largo plazo. Sin embargo, el funcionamiento integrado del almacenamiento, y en particular, las propiedades del transporte de gas a través de las barreras y la roca encajante no se conocen todavía lo suficiente.

En la actualidad existen numerosos programas de investigación impulsados por diferentes países en los que se está estudiando de manera intensa el diseño de los almacenamientos en todo su conjunto y, en especial, las propiedades del transporte de gas, para asegurar su viabilidad y seguridad a largo plazo. En este marco científico-técnico, se incorpora el conjunto de ensayos de laboratorio aquí descritos, que permiten evaluar la migración de gas a través de las barreras.

1.1.1. Tipos de residuos radiactivos y opciones de gestión

Los residuos radiactivos son materiales o productos de desecho que contienen o están contaminados por elementos químicos radiactivos por encima de un valor legalmente establecido y que no tienen un propósito práctico. Este tipo de residuos son producidos durante la generación de energía en las centrales nucleares, en el desmantelamiento de las instalaciones radioactivas y nucleares y, en el uso de radioisótopos en la industria, medicina, agricultura, investigación, etc. Cara a su almacenamiento definitivo se clasifican en dos grandes grupos:

- **Residuos radiactivos de baja y media actividad (RRBMA):** contienen isótopos radiactivos cuya actividad se debe principalmente a la presencia de radionucleidos de periodo de semidesintegración corto o medio (inferior a 30 años) y, cuyo contenido en radionucleidos de vida larga es muy bajo y se encuentra limitado.

Estos residuos pueden almacenarse en estructuras de ingeniería superficiales o a muy poca profundidad. Su aislamiento y confinamiento debe asegurarse para períodos de aproximadamente 300 años considerando que, transcurrido 10 veces el período de semidesintegración, la actividad habrá desaparecido prácticamente. El diseño de instalaciones que aseguren estos períodos de confinamiento y aislamiento es una práctica industrial viable. En España se cuenta para su gestión con la instalación de almacenamiento de El Cabril (Córdoba) en operación desde 1992.

- **Residuos radiactivos de alta actividad (RRAA):** contienen isótopos radiactivos que contienen emisores alfa de vida larga y/o emisores beta-gamma, con período de semidesintegración superior a 30 años, en concentraciones apreciables. Pueden generar calor por efecto de la desintegración radiactiva ya que su actividad específica es elevada.

Los residuos de alta actividad, al contener isótopos radiactivos con periodos de semidesintegración de cientos o miles de años, requieren sistemas de gestión definitiva que aseguren su aislamiento y confinamiento por periodos de decenas o centenas de miles de años. La opción internacionalmente aceptada para la gestión final de este tipo de residuos es el aislamiento en formaciones geológicas profundas (500-1000 m, Goguel *et al.* (1987)).

Los principales residuos de alta actividad a acondicionar en el almacenamiento final son los elementos de combustible gastado, generados durante la operación de las centrales nucleares y los concentrados vitrificados de RRAA procedentes del reprocesamiento del combustible.

La complejidad de las soluciones finales para este tipo de residuos de alta actividad y larga vida, tanto desde el punto de vista científico como de aceptación social, ha retrasado considerablemente los procesos de toma de decisiones en los programas de los países más avanzados y ha enfatizado la necesidad de disponer de instalaciones para almacenamiento temporal seguras y fiables a largos periodos de tiempo. Incluso aquellos programas que han optado como solución final de gestión por el confinamiento geológico profundo, han decidido que exista la posibilidad de que los residuos puedan ser recuperados durante varios centenares de años.

La adopción de AGP como opción más viable y segura deriva del análisis de toda una serie de opciones como, por ejemplo, el envío al espacio de los residuos o su colocación en fosas oceánicas próximas a las zonas de subducción de la corteza oceánica que fueron descartadas por la imposibilidad de control, inseguridad y otros muchos efectos negativos que podrían causar en el futuro sobre la biosfera.

1.1.2. Almacenamiento geológico profundo de RRAA

El almacenamiento geológico profundo (AGP) es la solución que internacionalmente está aceptada como más segura y viable para la gestión final de los residuos radiactivos de alta actividad (RRAA). Se fundamenta en la capacidad de aislamiento y confinamiento de las formaciones geológicas, siempre que estas reúnan unas determinadas características de estabilidad, potencia (espesor), ausencia de vías preferentes de migración y capacidad de retención. Esta capacidad de confinamiento y aislamiento se complementa con la colocación de un sistema de barreras de ingeniería en torno a los RRAA.

El potencial confinante de la geosfera es un hecho probado como ponen de manifiesto los yacimientos minerales o las acumulaciones explotables de petróleo, gas, etc. que han sido confinados durante millones de años sin contacto con la atmósfera en lugares que han reunido una serie de condiciones geológicas, geoquímicas, estructurales e hidrogeológicas.

El almacenamiento geológico profundo se fundamenta en el denominado principio multibarrera que consiste en interponer una serie de barreras artificiales y naturales entre el residuo y la biosfera. Este conjunto de barreras debe asegurar que el tiempo de tránsito hasta la biosfera de cualquier radionucleido almacenado que pudiera liberarse sea tan largo que de alcanzarla, su actividad habrá decaído lo suficiente como para no modificar los valores del fondo radiactivo natural ni los rangos aceptados de dosis a las personas. Este funcionamiento debe asegurarse bajo cualquier hipótesis de funcionamiento actual o futura.

Cada barrera va a imponer unas condiciones de aislamiento y retardo específico, cuyo resultado final será la ausencia de impacto no deseable al hombre y al medio ambiente. Se consideran dos tipos: barreras de ingeniería artificiales y barreras naturales. Las primeras se diseñan, construyen y colocan según el diseño del repositorio escogido y teniendo en cuenta las características del sistema de barreras naturales. Las barreras naturales son seleccionadas y caracterizadas de forma que reúnan los requisitos funcionales necesarios para que, junto con las barreras de ingeniería artificiales, aporten al sistema la seguridad adecuada. Las barreras de ingeniería artificiales están compuestas por: (1) la propia química del residuo, (2) las cápsulas metálicas que albergan los residuos y, (3) los materiales de relleno y sellado (Figura 1.1a,b,c). Las barreras naturales se componen de: (1) la geosfera compuesta por formaciones geológicas donde se ubica el repositorio y, (2) la biosfera que consiste en el conjunto de ecosistemas que recibirán el impacto del repositorio (Figura 1.1d).

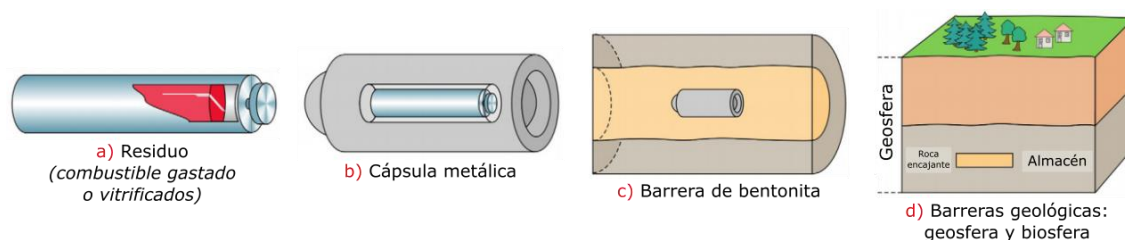


Figura 1.1. Sistema multibarrera en el concepto de un AGP de RRAA (modificada de Wersin et al., 2011).

Las barreras de ingeniería deben aislar el residuo del agua subterránea procedente de la formación geológica y protegerlo mecánicamente frente a posibles eventos sísmicos, además de retardar al máximo la salida de los radionucleidos presentes que podrían liberarse y disipar el calor generado en su desintegración.

El diseño de las barreras de ingeniería deberá tener en cuenta tanto las características de la formación geológica alojante del repositorio como las condiciones de presión, temperatura y radiación a las que estarán sometidas durante las distintas fases del funcionamiento de la instalación. A continuación, se incluye una breve descripción de cada una de ellas.

1. La **forma química del residuo** bien como elemento combustible o como residuos vitrificados constituye la primera barrera. Es de tipo físico-químico y está fundamentada en la resistencia a la corrosión e insolubilidad en las condiciones reductoras existentes en el repositorio.
2. La **cápsula metálica** sirve principalmente para albergar RRAA y permitir la operación del repositorio. Debe ser resistente a la corrosión para retardar la llegada de agua al combustible, durable para proteger mecánicamente a los elementos combustibles y, debe estar fabricada de materiales que disipen bien el calor y sean estables frente al calor y la radiación.
3. La **barrera de ingeniería de arcilla compactada** que rodea los contenedores que albergan los residuos deben presentar una serie de requisitos funcionales:
 - minimizar el acceso de agua al resto de barreras de ingeniería mediante el sellado, por expansión de la arcilla al hidratarse, de las fracturas y fisuras generadas en la excavación (retardo en la llegada del agua),
 - disipar adecuadamente el calor de los residuos y el gas generado en la corrosión de los contenedores (disipación calor y gas),
 - estabilizar y homogeneizar la composición química del agua que alcance los contenedores (constancia en la química del agua),
 - proteger la integridad mecánica de la cápsula frente a desplazamientos (sismos) de la barrera geológica (protección mecánica).
 - retardar el transporte de los radionucleidos que puedan liberarse del sistema combustible-cápsula (retardo radionucleidos).

El material arcilloso escogido es bentonita por su baja permeabilidad (minimiza la llegada del agua), aceptable conductividad térmica (disipa el calor), capacidad de succión e

hinchamiento (sellado fisuras y fracturas del almacén), elevada superficie específica (retención de radionucleidos y conservación de la química del agua dentro de un cierto rango) y alta plasticidad (protección mecánica).

La estabilidad de la bentonita es muy elevada en las condiciones físicas, químicas, mecánicas y térmicas del repositorio por lo que su durabilidad está asegurada. El movimiento de los radionucleidos a través de la arcilla compactada es por difusión, lo que hace que sean necesarios períodos muy largos de tiempo (decenas de miles de años) para que la atraviesen.

Las agencias encargadas de la gestión de residuos en diferentes países han propuesto otros materiales de sellado como, por ejemplo, cemento, pero la mayoría consideran el uso de bentonita, bien de manera exclusiva o mediante su mezcla con otros materiales (por ejemplo, arena) en diferentes proporciones. La adición de otros materiales tiene como fin aumentar la conductividad térmica de la barrera, mejorar la resistencia mecánica de los bloques compactados y reducir el costo del material.

Aunque la mayoría de los estudios se han realizado considerando que el emplazamiento de la barrera tendrá lugar en forma de bloques precompactados, se han propuesto otros métodos de puesta en obra: por ejemplo, el uso de pellets de bentonita de elevada densidad combinados con bentonita en polvo, una vez saturados y homogeneizada la densidad del conjunto, dan lugar a una densidad de barrera equivalente a la que se consigue con los bloques compactados (Salo y Kukkola, 1989; Volckaert *et al.*, 1995). Su ventaja sería la mayor facilidad con la que se preparan e instalan los pellets de bentonita.

El papel que juega la barrera geológica es clave, dado que va a incidir sobre el funcionamiento del resto de las barreras y, además, es la responsable a más largo plazo de la seguridad del sistema.

Una característica muy importante de la barrera geológica es que mientras las barreras de ingeniería pueden diseñarse y fabricarse de acuerdo con las características del concepto considerado, en la barrera geológica no se puede actuar siendo, por tanto, fundamental el proceso de selección y caracterización. Los requisitos funcionales son:

- permitir la viabilidad constructiva y operativa del repositorio y asegurar el repositorio frente a la intrusión humana,
- asegurar un flujo de agua bajo, lento y estable en el repositorio,
- retardar al máximo o inmovilizar la migración de radionucleidos entre el repositorio y la biosfera y,
- proteger al conjunto de barreras de ingeniería, asegurando unas condiciones de estabilidad físico-química, hidráulica, mecánica y geoquímica.

Para cumplir estos requisitos funcionales las formaciones geológicas alojantes del almacén deben tener:

- potencia, profundidad y extensión suficiente para aislar al repositorio de procesos naturales o actividades humanas no deseadas,
- estabilidad tectónica (carencia de fallas activas) y baja sismicidad,
- poca complejidad estructural (simplicidad),
- homogeneidad litológica,
- baja permeabilidad y gradiente hidráulico,
- condiciones adecuadas de retención de radionucleidos (capacidad reductora y de retardo, inmovilización) y,
- posibilidad de representar o simular su funcionamiento mediante modelos numéricos que garanticen sus propiedades y su estabilidad a largo plazo.

El abanico de litologías que cumplen estos requisitos es muy amplio, si bien, las más extendidas son: granitos, arcillas y sales, lo que no excluye otras formaciones que, en zonas particulares, pudieran reunir las condiciones citadas como tobas volcánicas, etc.

1.1.2.1. Funcionamiento a largo plazo

En el siguiente apartado se expone una idea general de la operación en sucesivas fases de funcionamiento de un almacén centrado en los procesos que atañen al presente trabajo como la saturación de la barrera de bentonita y la generación de gases.

➤ Estadio inicial, excavación y construcción del almacén

Antes de construir el almacén, el emplazamiento tendrá un funcionamiento hidrogeológico (gradiente hidráulico, composición de agua, flujos, etc.) y un determinado estado tensional, consecuencia de la historia geológica del medio. El estado térmico será el derivado del gradiente geotérmico ($1\text{ }^{\circ}\text{C}/33\text{ m}$) con una temperatura entre 20 y $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ que dependerá de la profundidad. En estas condiciones apenas habrá oxígeno por lo que el agua tendrá un carácter reductor.

El proceso de excavación pondrá en contacto la roca almacén con la atmósfera alterando las condiciones hidráulicas, mecánicas, térmicas y geoquímicas propias. Como consecuencia se producirá un gradiente de presión entre las zonas internas de la roca encajante completamente saturadas y la zona de excavación en contacto con el aire.

➤ Fase operacional y de funcionamiento

Durante la fase operacional se colocarán las cápsulas con los residuos y las barreras de arcilla compactada en las galerías y, a continuación, se sellarán con tapones de hormigón a medida que se vayan llenando.

La barrera de bentonita recién instalada presentará una succión y capacidad de hinchamiento muy elevadas. La bentonita tomará agua de la formación geológica circundante y comenzará a saturarse. La velocidad de hidratación de la bentonita dependerá de sus propiedades hidráulicas y del campo térmico que se desarrolle.

Por lo tanto, el agua empezará a moverse hacia la barrera de bentonita, movimiento acelerado por la elevada capacidad de succión que tiene dicha arcilla compactada (Figura 1.2). El aire contenido en los poros se irá comprimiendo en el interior de estos hasta que se disuelva en el agua de poro, facilitando el proceso de hidratación. A medida que la bentonita comience a saturarse, empezará a hincharse y sellar las fisuras y fracturas, ralentizando la entrada de agua. El proceso de hinchamiento generará tensiones sobre la bentonita no saturada todavía, aumentando su densidad.

Mientras tanto, los residuos estarán generando calor por lo que los procesos de saturación e hinchamiento se verán sometidos a ese campo térmico (Figura 1.2). El agua adsorbida en la bentonita próxima al contenedor que alberga los residuos se evaporará produciendo su desecado y contracción, disminuyendo la porosidad en las zonas internas. El vapor de agua generado se desplazará hacia las zonas externas más frías de la barrera de bentonita, donde acabará condensándose, pudiendo generar aumentos locales del grado de saturación.

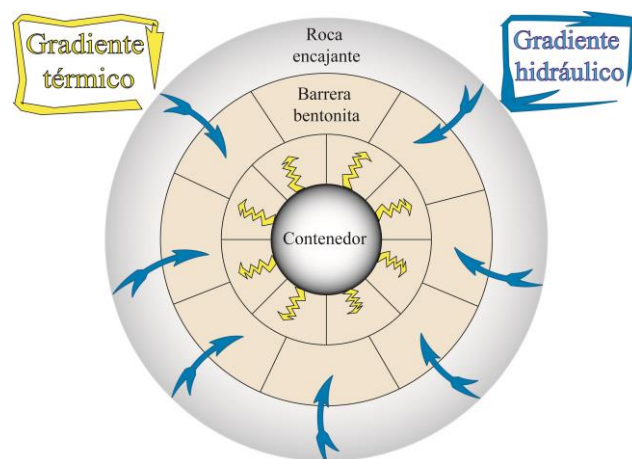


Figura 1.2. Esquema de los gradientes térmico e hidráulico que tendrán lugar tras el cierre y sellado del almacén.

➤ Saturación de la barrera

Conforme la bentonita se vaya saturando aumentará la cantidad de agua en contacto con el contenedor incrementando la tasa de corrosión. A medida que se aproxime a su saturación completa, el gas generado se acumulará en la interfase entre el contenedor y la barrera, al ver dificultado su transporte al exterior, incrementando la presión. La producción de gas (hidrógeno) durante este periodo será baja y el incremento de presión será mínimo (0,1 MPa, según Norris *et al.*, 2010).

La saturación del repositorio depende de una serie de factores como el tipo y la permeabilidad de la roca huésped, la disponibilidad de agua, la profundidad y dimensiones del almacén, el tipo de residuo, etc. (Cox y Rodwell, 1989). En general, los tiempos de saturación son inferiores en comparación con los esperados en la generación de gas, e

inferiores al tiempo que tardarían los radionucleidos en transportarse a través de la geosfera.

➤ **Tras la saturación de la barrera**

Los procesos anteriormente citados continuarán hasta que todo el sistema se equilibre bajo las nuevas condiciones. El almacén constituirá un espacio de menor permeabilidad que la formación geológica que lo rodea, el hinchamiento de la bentonita ejercerá una presión sobre la roca encajante que esta tenderá a compensar y, todos los procesos estarán sometidos al impacto térmico de los residuos.

Tras la degradación de la cápsula el agua que satura la bentonita podrá acceder a los residuos y tras un proceso de disolución/lixiviación, una pequeña fracción de radionucleidos pasará al agua pudiendo migrar lentamente a través de los productos degradados de la cápsula y la barrera de bentonita. Este transporte sería por difusión y extraordinariamente lento. A su vez, la estructura de la bentonita, constituida por láminas, podrá incluir dentro de esos espaciados interlaminares muchos radionucleidos retardando, aún más, su transporte. En definitiva, atravesar una barrera intacta de bentonita requerirá, si es posible, miles y decenas de miles de años (Astudillo, 2001).

Cuando los radionucleidos alcancen la roca almacén, esta retrasará durante decenas de miles de años su incorporación a la biosfera, modificando apenas los fondos radiológicos y geoquímicos naturales y, por tanto, sin constituir un problema al hombre y medio ambiente.

1.1.2.2. Generación y transporte de gas

La generación de gases en un almacenamiento geológico profundo de residuos radiactivos es prácticamente inevitable y, fundamentalmente, se debe a la naturaleza de los materiales con los que está hecho el contenedor metálico que alberga los residuos.

La presencia de agua en el sistema es esencial para que actúen los principales mecanismos de generación de gas: (1) corrosión de los componentes metálicos del sistema, (2) radiólisis del agua y de ciertos materiales orgánicos presentes, y (3) degradación microbiológica de los componentes orgánicos residuales (Rodwell *et al.*, 2003). Para una correcta cuantificación del gas generado en un almacén es necesario conocer con precisión las condiciones iniciales y de contorno de dicho almacén y su evolución a lo largo del tiempo.

Los tres mecanismos de generación de gas citados en el párrafo anterior pueden actuar de manera combinada y aportar gas en diferentes grados según: (1) las condiciones físico-químicas del emplazamiento donde se localice el almacén, (2) el concepto de repositorio asumido y, por supuesto, (3) los residuos almacenados (cantidad, tipo, composición, etc.). Por lo tanto, la cantidad de gas generado y velocidad a la que se genera depende del tipo de residuo almacenado y del concepto de almacenamiento escogido.

La generación de gas, a pequeña escala, se superpone con el proceso de saturación de la barrera (Figura 1.3), que necesita un largo periodo de tiempo para completarse. Este periodo, con la barrera parcialmente saturada, facilita el escape del gas evitando la sobrepresión, que constituye un riesgo en la integridad del almacén. Por este motivo, en la mayoría de los casos de estudio, se asume que el mecanismo principal de generación de gas

(corrosión anaeróbica) y su acumulación solo se inician tras la completa saturación de la barrera (Rodwell *et al.*, 2003).

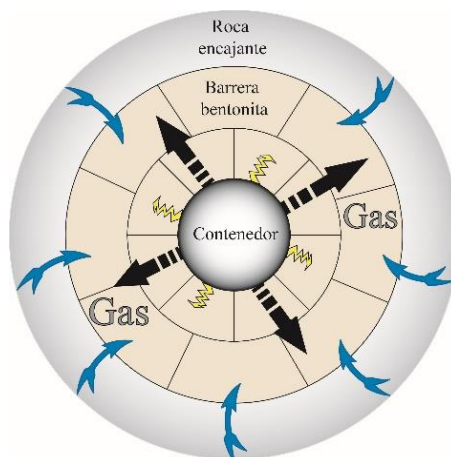


Figura 1.3. Esquema de la generación de gas superpuesta a los gradientes térmico e hidráulico que tendrán lugar tras el cierre y sellado del almacén.

En concreto, el impacto del gas sobre las condiciones globales de seguridad de un repositorio está determinado por la cantidad de gas que se genera y por la interacción del gas con el agua de los poros a medida que se transporta.

Si la generación de gas es superior a la tasa global de transporte, se producirá una acumulación de gas que puede provocar una sobrepresión local sobre la barrera de ingeniería (Horseman *et al.*, 1996). A su vez, impedirá la saturación completa de la zona de barrera próxima al contenedor afectando a la integridad de esta, permitiendo la fuga de gases con elementos radiactivos y aguas contaminadas hacia la parte externa de la barrera si se deteriora el contenedor.

En este contexto resulta de gran importancia evaluar:

- el efecto del gas sobre los flujos de agua y las propiedades de la roca encajante,
- el efecto del gas sobre las propiedades de los materiales de relleno y sellado y,
- la posibilidad de que los gases faciliten el escape hasta la biosfera de isótopos radiactivos.

Por lo tanto, hay que asegurar que las fases gaseosas liberadas no afecten a la correcta operación del almacén y, para ello, es necesario conocer el movimiento de los gases a través de la estructura del repositorio para determinar la magnitud de esos efectos y la necesidad de acomodarlos en el diseño y en los cálculos que evalúan el riesgo.

1.1.2.3. Evaluación del funcionamiento

La gestión de los residuos radiactivos de alta actividad requiere demostrar el correcto funcionamiento del almacén para largos periodos de tiempo, de cientos de miles de años. La evaluación de dicho funcionamiento, a tan largo plazo, requiere conocimientos precisos de cómo va a comportarse el almacén. Para la obtención de ese conocimiento, las observaciones de laboratorio son imprescindibles pero su representatividad es limitada por

lo que es necesario el desarrollo paralelo de laboratorios subterráneos y el estudio de análogos naturales.

En los laboratorios subterráneos se realizan estudios sobre el funcionamiento del sistema de almacenamiento a escala y condiciones reales excepto a escala temporal, pese a desarrollarse ensayos de muchos años de duración. Son uno de los principales soportes para demostrar la seguridad a largo plazo de un repositorio y verificar su viabilidad constructiva y operativa.

En los estudios de sistemas naturales, por el contrario, las escalas de tiempo durante las que tienen lugar los procesos geológicos sí se ajustan a los tiempos de los procesos que podrían tener lugar en un almacén, pero la conexión y representatividad es difícil de establecer. Los análogos naturales permiten identificar y acotar procesos a largo plazo relevantes para la seguridad del almacén, contribuyendo a la verificación de conocimientos, tecnologías y modelos. Dos ejemplos representativos que se han comportado como barreras naturales en un entorno geológico son Oklo (Gabón, Oeste de África) y el lago Cigar (provincia de Saskatchewan al norte de Canadá). En el primero de ellos, hace 2000 m.a. se produjeron reacciones nucleares espontáneas en una veta del yacimiento enriquecida en uranio. Estas reacciones naturales continuaron durante unos 500000 años antes de agotarse, produciendo todos los radionucleidos presentes en los RRAA. Los radionucleidos han permanecido en el lugar y se han desintegrado, en algunos casos, en elementos estables. En el lago Cigar se encuentra el yacimiento de uranio más grande del mundo. Se formó hace 1300 m.a. y no se han producido reacciones nucleares. El yacimiento de uranio está rodeado de una capa de arcillas con un espesor entre 1 y 20 m que evita el transporte de las sustancias radiactivas por los flujos de agua subterráneas (siendo estas más permeables que las empleadas en el concepto de AGP), de forma que no existen trazas de radiactividad distinguible en superficie.

El funcionamiento a largo plazo del sistema de almacenamiento solo puede estimarse de forma fiable, a través de modelos matemáticos, representativos de un conocimiento actualizado de los procesos físicos y químicos que van a tener lugar. En la medida que dichos modelos puedan construirse a partir de los datos experimentales procedentes de laboratorios convencionales, subterráneos y estudios de análogos y sistemas naturales, podrá asegurarse la adecuada seguridad del almacenamiento a largo plazo y, por tanto, su seguridad.

1.1.3. El proyecto FORGE

La gestión de los residuos radiactivos de alta actividad es una actividad en la que existe una gran cooperación internacional en el intercambio de información y experiencias, además de la resolución conjunta de problemas. Existen organizaciones como el Organismo Internacional de la Energía Atómica de Viena y la Agencia Nuclear de la Energía de la OCDE que publican documentos, informes, guías, etc., a partir de las actividades que promueven, que suponen la documentación y normativa más completa que puede consultarse para la gestión de residuos. Estos documentos y actividades se complementan con los promovidos y emitidos por la Unión Europea que, a través de sucesivos Programas Marco, desarrollados de acuerdo con el tratado de EURATOM, viene promoviendo la ejecución de proyectos

Europeos de gestión de residuos permitiendo avances muy notables para el soporte de la gestión de este tipo de residuos.

El impacto de la generación de gas y su transporte en las infraestructuras de un almacén y su evolución con respecto al tiempo ha supuesto un asunto a tratar generando numerosos proyectos en Europa durante las últimas décadas como, por ejemplo, GASNET (2003), en el cual se evaluó la seguridad del almacén con respecto a la generación y transporte de gas. De particular importancia fue la revisión general desarrollada previamente en Rodwell *et al.* (1999) en la cual se incluye una recopilación minuciosa sobre el conocimiento en relación a la generación y transporte de gas en un almacén geológico profundo.

Durante la generación y transporte de gas en un almacén es de gran importancia evaluar: (1) la posible presurización de los contenedores que albergan los residuos; (2) la perturbación de la hidrogeología de la zona; (3) el efecto sobre los materiales de sellado y relleno; (4) el efecto sobre la roca encajante antes y después de la excavación; (5) el efecto sobre la disipación del calor; (6) la liberación de gases contaminados y; (7) el desplazamiento del agua contaminada. Con el fin de ampliar el conocimiento sobre este conjunto de procesos de los que no se tiene suficiente certeza y contestar a preguntas no resueltas tras el proyecto GASNET, se creó el proyecto europeo FORGE (Fate Of Repository GasEs) financiado bajo el séptimo programa marco entre 2009 y 2011.

El proyecto FORGE se dividió en cinco grupos de trabajo y, en cada uno de ellos, se trató un tema concreto en relación a la generación y transporte de gas en un almacén.

- El **grupo de trabajo 1** se creó con la intención de evaluar los procesos de generación y transporte de gas con el fin de mejorar el conocimiento sobre cómo estos procesos podrían afectar a la dinámica global del almacén. En concreto, en este primer grupo de trabajo, se integró toda la información obtenida del resto de grupos (datos obtenidos en los laboratorios a pequeña y gran escala, simulaciones numéricas, etc.).
- El **grupo de trabajo 2** se centró en la evaluación de la producción y el consumo de hidrógeno debido, principalmente, a los procesos de corrosión con el fin de determinar la probabilidad de formación de una fase gaseosa independiente. Además, también tenía como objetivo el conocer la evolución en diferentes escenarios representativos. Los ensayos de este grupo consistieron en la medición de la tasa de producción de hidrógeno producido por la corrosión de metales (por ejemplo, el hierro) en contacto con bentonita bajo diferentes condiciones de contorno (condiciones anaerobias, aerobias, etc.).
- En el **grupo de trabajo 3** se estudiaron los procesos de transporte de gas y las consecuencias que estos conllevan en los materiales de sellado y relleno. Para ello, se llevaron a cabo una serie de ensayos de laboratorio a diferentes escalas con el fin de comparar los resultados. Los materiales analizados fueron principalmente bentonita, hormigón e interfases.
- En el **grupo de trabajo 4** se analizó el campo de esfuerzos alterado, en primer lugar, durante la construcción del almacén y, posteriormente, tras la resaturación del material de sellado normalmente compuesto por bentonita. En los ensayos

realizados se determinó la deformación mecánica sufrida por la roca encajante y su consecuencia con respecto a los cambios de permeabilidad y, por tanto, las variaciones que eso puede conllevar en el transporte de gas.

- El **grupo de trabajo 5**, con un fin semejante al grupo de trabajo 3, excepto que los materiales de estudio eran rocas almacén intactas como las arcillas Opalinus, Boom y Callavo-Oxfordiense.

Paralelamente a los ensayos de laboratorio se realizaron una serie de simulaciones numéricas teniendo en cuenta los resultados obtenidos experimentalmente con el fin de mejorar el conocimiento y aportar información a una escala de tiempo mayor.

El trabajo realizado durante esta tesis se encuentra enmarcado dentro del proyecto FORGE, exactamente en los grupos de trabajo 3 y 5 donde se estudia el transporte de gas en materiales de barrera (bentonita FEBEX y MX-80) y rocas encajantes de composición granítica y arcillosa (arcilla Opalinus).

1.2. Objetivos y motivaciones

El presente trabajo se inscribe dentro de los esfuerzos que se están realizando por conseguir un modelo conceptual, lo más completo posible, sobre el comportamiento de un almacenamiento de residuos radiactivos de alta actividad en formaciones geológicas profundas y su funcionamiento ante los posibles factores adversos por los que se puede ver afectado.

Las actividades encaminadas al conocimiento y comprensión de los fenómenos relacionados con el transporte de gas en los materiales de barrera deben proporcionar la información necesaria para determinar la magnitud de estos efectos para que pueda ser incorporada en el diseño del almacenamiento y en los cálculos de seguridad.

El principal objetivo de este trabajo es el de mejorar el conocimiento existente sobre los procesos de transporte de gas en los medios porosos naturales que componen las barreras naturales y de ingeniería en condiciones similares a las reales en un almacén geológico profundo durante su vida operativa.

Se ha medido el transporte de gas a través de diferentes materiales mediante técnicas experimentales a escala de laboratorio. Los ensayos de laboratorio permiten entender procesos a pequeña escala bajo condiciones controladas y con posibilidad de fijar condiciones de contorno estables. Además, pretenden mejorar el conocimiento sobre el impacto que sufrirá el almacén a largo plazo debido a las condiciones de contorno a las que se verá expuesto.

Dentro de ese marco, los objetivos parciales perseguidos en las diferentes etapas del programa de investigación pueden desglosarse en los siguientes.

- ✓ Diseño y puesta en marcha de ensayos de laboratorio capaces de proporcionar información acerca de los procesos de transporte de gas simulando las condiciones en las barreras de ingeniería (bentonitas FEBEX y MX-80) y naturales (arcilla Opalinus), además de la interfase entre ambas.
- ✓ Análisis del transporte de gas a través de muestras intactas en materiales de barrera de ingeniería (bentonitas FEBEX, MX-80) y naturales (arcilla Opalinus).
- ✓ Análisis del transporte de gas a través de las interfases preexistentes entre los bloques de bentonita (FEBEX) y entre bloques de bentonita (FEBEX) y la roca almacén (granito) con el fin de determinar si tras el sellado estas discontinuidades son zonas más débiles y pueden ser caminos preferentes de transporte de gas tras la completa saturación de la barrera bentonítica (Figura 1.4).

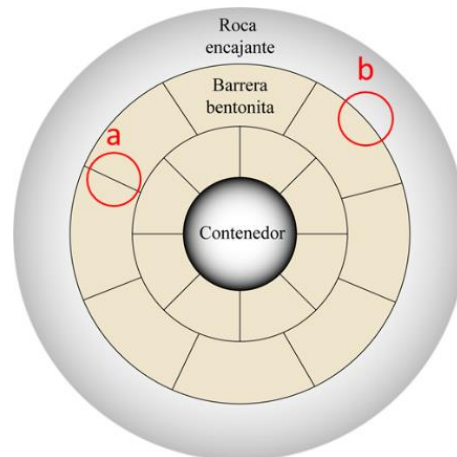


Figura 1.4. Corte transversal de un almacén en el que se señalan los dos tipos de juntas analizadas en el presente trabajo: (a) junta bentonita/bentonita y, (b) junta bentonita/roca encajante (granito).

- ✓ Estudio de la influencia de las diversas variables que afectan, tanto a los materiales empleados (grado de saturación, dimensiones de las muestras, densidad seca, humedad, etc.), como a las condiciones de contorno del experimento relacionadas con el tipo de almacén (presiones) sobre el transporte de gas.
- ✓ Identificar los distintos procesos de transporte de gas que podrían tener lugar a través del sistema de barreras.
- ✓ La obtención experimental de parámetros necesarios al modelo conceptual para su implementación en el modelo matemático y posterior verificación del mismo, para la predicción del comportamiento del almacén a largo plazo.

1.3. Estructura de la memoria

La memoria se compone de 6 capítulos. En el primero de ellos (**Capítulo 1**), se introduce el tema de la tesis (AGP), se citan los principales objetivos perseguidos y, además, se nombran otras posibles aplicaciones. El capítulo se finaliza con el listado de publicaciones en las que se han ido recogiendo parcialmente los resultados obtenidos.

En el **Capítulo 2** se describen las propiedades de los materiales de barrera, además de los principales procesos de generación y transporte de gas. Por último, se incluye una revisión histórica de los estudios previos relacionados con el transporte de gas.

En el **Capítulo 3** se procede a describir los materiales escogidos (bentonitas FEBEX y MX-80 y, arcilla Opalinus) según el tipo de barrera, detallando su localización, extracción y principales características.

En el **Capítulo 4** se detalla la metodología seguida en los diferentes ensayos (ensayos de permeabilidad al gas y ensayos de *breakthrough*) que incluye, la preparación de las muestras, la descripción de los equipos experimentales, el procedimiento y la formulación aplicada, además de las metodologías de análisis post mortem.

En el **Capítulo 5** se realiza una discusión conjunta de los resultados obtenidos en los distintos ensayos analizando las permeabilidades, el proceso de *breakthrough*, la influencia del grado de saturación de las muestras y la presencia de interfases.

Por último, en el **Capítulo 6**, se enumeran de las principales conclusiones halladas tras este trabajo además de las futuras vías de investigación.

1.4. Otras aplicaciones

El estudio del transporte de gas a través de materiales geológicos proviene de otros campos como la exploración de gas y petróleo donde el estudio de la permeabilidad del material es de primordial importancia para elaborar en primer lugar, un plan de producción, realizar una explotación eficiente y gestionar de manera óptima los recursos.

Además, puede aplicarse en temas de remediación medioambiental en lugares contaminados donde usan técnicas en las que es importante entender la capacidad de flujo de gas de los materiales ahí presentes para evaluar la capacidad de remediación del sitio contaminado.

En el almacenamiento geológico de CO₂ es necesario predecir la migración del gas para la evaluación a largo tiempo de la estabilidad del CO₂ gas inyectado.

1.5. Publicaciones

A continuación, se citan las principales contribuciones realizadas durante el periodo de investigación.

1.5.1. Revistas indexadas y capítulos en libros

- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J., Iglesias, R.J. y **Gutiérrez-Rodrigo, V.** (2016). Saturation of barrier materials under thermal gradient. *Geomechanics for Energy and the Environment*, **8**, 38-51.
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J. y Barcala, J.M. (2015). Gas-breakthrough pressure of FEBEX bentonite. En R.P. Shaw (Ed.), *Gas Generation and Migration in Deep Geological Radioactive Waste Repositories*. Geological Society, London, Special Publications, **415**, 47-57. Publicado online en noviembre del 2014: <http://dx.doi.org/10.1144/SP415.4> (Anexo I)
- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J., **Gutiérrez-Rodrigo, V.** y Barcala, J.M. (2015). Gas and water permeability of concrete. En R.P. Shaw (Ed.), *Gas Generation and Migration in Deep Geological Radioactive Waste Repositories*. Geological Society, London, Special Publications, **415**, 59-73. Publicado online en noviembre del 2014: <http://dx.doi.org/10.1144/SP415.4>
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.** (2014). Transporte de Gas en Barreras de Ingeniería. En: *Jornadas de investigación y difusión de la Ciencia*. Madrid: CIEMAT. ISBN 978-84-7834-734-6.
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L. & Romero F.J. (2014). Gas transport properties of compacted bentonite. In: Khaili, N., Russell, A. & Khoshghalb, A. (Eds.), *Unsaturated Soils: Research & Applications*, vol. 2 (pp. 1735-1740). London: Taylor & Francis Group. ISBN: 978-1-138-00150-3. (Anexo I)
- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J., Barcala, J.M. & **Gutiérrez-Rodrigo, V.** (2012). Gas transport through bentonite: influence of dry density, water content and boundary conditions. In: Skoczylas, F., Davy, C.A., Agostini, F. & Burlion, N. (eds.), *Propriétés de Transfert des Géomatériaux. Transfert 2012, Actes du Colloque* (pp. 379-389).

1.5.2. Informes técnicos

- Villar, M.V., Romero, F.J., Martín, P.L., **Gutiérrez-Rodrigo, V.** y Barcala, J.M. (2015). *Gas Transport in Opalinus Clay*. Informe Técnico 1378. CIEMAT, Madrid, 40 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2014). Contribution of CIEMAT to WP3 final report (chapter 8). En: Sellin, P. (Ed.), *Experiments and modelling on the behaviour of EBS*. FORGE Report D3.38, 426 p.

- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Martín, P.L., Romero, F.J. y Barcala, J.M. (2013). *Gas transport in Bentonite*. Informe Técnico 1301. CIEMAT, Madrid, 63 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2012). Contribution of CIEMAT to WP3 final report. CIEMAT Technical Report CIEMAT/DMA/2G207/06/12. Madrid, 42 p.
- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Martín, P.L., Romero, F.J. y Barcala, J.M. (2012). *Results of the test on bentonite (Part 2)*. FORGE Deliverable 3.27. CIEMAT Technical Report CIEMAT/DMA/2G207/07/12. CIEMAT, Madrid, 52 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., **Gutiérrez-Rodrigo, V.** y Barcala, J.M. (2012). *Contribution of CIEMAT to WP3 final report*. CIEMAT Technical Report CIEMAT/DMA/2G207/06/12. CIEMAT, Madrid, 45 p.

1.5.3. Congresos

- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Iglesias, R., Campos, R. y Gutiérrez-Nebot, L. (2016). Changes in the microstructure of compacted bentonite caused by heating and hydration. *3^{er} European Conference on Unsaturated Soils*. Paris, 12-14 Septiembre 2016.
- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J., Iglesias, R.J. & **Gutiérrez-Rodrigo, V.** (2015). Saturation of barrier materials under thermal gradient. *International Symposium on Energy Geotechnics*. Barcelona, 2-4 Junio 2015.
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L. & Romero F.J. (2014). Transporte de gas en la barrera de bentonita de un AGP y sus interfaces. *Sociedad Nuclear Española*. Valencia, 1-3 Octubre 2014. **Presentación oral**.
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L. & Romero F.J. (2014). Propiedades de transporte de gas en muestras de bentonita compactada. *XXIII Reunión de la Sociedad Española de Arcillas, Libro de resúmenes*, pp 43-44. Toledo, 10-12 Septiembre 2014. **Presentación oral**.
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L. y Romero, F.J. (2014). Gas transport properties of compacted bentonite. En N. Khalili, A. Russell y A. Khoshghalb (Eds.), *Unsaturated Soils: Research & Applications*, vol. 2 (pp. 1735-1740). London: Taylor & Francis Group. **Presentación oral**.
- Villar, M.V., Martín P.L., Romero, F.J., Gómez-Espina, R., **Gutiérrez-Rodrigo, V.** & Barcala, J.M. (2014). Sealing materials used in the HE-E test: thermo-hydro-mechanical characterisation. In: Schäfers, A. & Fahland, S. (Eds.), *International Conference on the Performance of Engineered Barriers, Physical and Chemical Properties, Behaviour & Evolution*, pp 67-73. Hannover, 6-7 February 2014.
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V. & Romero, F.J. (2013). Permeabilidad al gas de bentonita compactada. En: Aranda, P., Belver, C. & Cuevas, J. (Eds.), *Jornada Científica*

de la Sociedad Española de Arcillas, Libro de resúmenes, pp 43-44. Universidad Autónoma de Madrid, Madrid, 15 Noviembre 2013. **Presentación oral.**

- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Martín, P. L., Romero, F.J., Barcala, J.M. (2013). Gas Permeability and Breakthrough Pressures of FEBEX Bentonite. In: Shaw, RP (Ed.), *Gas Generation and Migration, International Symposium and Workshop, Proceedings*. FORGE Report D0.09, pp 195-198. Luxembourg, 5th to 7th February 2013. **Presentación oral y póster.**
- Villar, M.V., Martín, P. L., Romero, F.J., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Barcala, J.M. (2013). Gas and Water Permeability of Concrete. In: Shaw, RP (Ed.), *Gas Generation and Migration, International Symposium and Workshop, Proceedings*. FORGE Report D0.09, pp 113-116. Luxembourg, 5th to 7th February 2013. **Póster.**
- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Martín, P.L. & Romero, F.J. (2012). Gas transport through saturated bentonite and interfaces. *5th International Meeting of Clays in Natural and Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement, Proceedings*, pp 704-705. Montpellier, 22-25 October 2012. **Póster.**
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L. & Romero, F.J. (2012). Determinación de las propiedades de transporte de gas en bentonita. *Macla 16*, pp 126-127. Bilbao, 27-30 Junio 2012. **Presentación oral.**
- Gómez-Espina, R., Villar, M.V. & **Gutiérrez-Rodrigo, V.** (2012). Efectos de la superficie específica BET en bentonitas sometidas a ensayos termohidráulicos. *Macla 16*, pp 106-107. Bilbao, 27-30 Junio 2012. **Póster.**

1.5.4. Procedimientos experimentales

- Ensayo para determinar la presión de paso de gas ("*breakthrough*") en materiales expansivos. Procedimiento Específico CIEMAT PT-MA-04-07. **V. Gutiérrez-Rodrigo.** (Anexo II)
- Ensayo de permeabilidad al gas en equipo de baja presión de carga y variable. Procedimiento Específico CIEMAT PT-MA-04-05. B. Carbonell Barrio, C. Gutiérrez Álvarez y **V. Gutiérrez-Rodrigo.**

1.5.5. Reuniones de proyecto y seminarios

- Seminarios UCM (3).
- Ciclo de conferencias CIEMAT (1).
- Reuniones del proyecto FORGE (4): Solothurn (Suiza, 2011), Madrid (España, 2012), Gante (Bélgica, 2012) y Luxemburgo (2013).

Capítulo 2. Marco teórico e histórico

En el siguiente capítulo se incluyen las **consideraciones teóricas** divididas en tres apartados (2.1, 2.2 y 2.3) y una revisión histórica del estudio del transporte de gas (2.4).

En el apartado 2.1 se describen las propiedades de los materiales de barrera.

En el apartado 2.2 se detallan los principales mecanismos de generación de gas en el caso de un almacenamiento geológico profundo, después de su puesta en operación y posterior clausura.

En el apartado 2.3 se explican los principales procesos de transporte de gas que se darán en estas condiciones: (1) el transporte de gas disuelto en agua o (2) como fase independiente. En este último caso se consideran: a) el transporte de gas a través de la porosidad existente (medio homogéneo) y, b) el transporte de gas a través de la creación de trayectorias.

En el apartado 2.4 se realiza una revisión histórica del estudio del transporte de gas.

2.1. Propiedades de los materiales de barrera

En el siguiente apartado se explicarán las características distintivas de los materiales seleccionados como barreras naturales y de ingeniería. El primer subapartado (2.1.1) se centra en las bentonitas utilizadas como material de sellado y relleno según la mayoría de los conceptos de almacenamiento geológico profundo y, en el segundo subapartado (2.1.2) de las propiedades de las rocas almacén.

2.1.1. Materiales de sellado y relleno: bentonitas

Las bentonitas son rocas arcillosas compuestas principalmente por minerales del grupo de las esmectitas (mayoritariamente montmorillonitas), con independencia de su génesis y modo de aparición. El término “bentonita” fue sugerido por primera vez por Wilbur C. Knight en 1898 para un material arcilloso de propiedades jabonosas procedente de “Cretaceous Benton Shale” próximo al río Rock en el Estado de Wyoming (USA).

Normalmente las bentonitas se forman por alteración meteórica o hidrotermal de depósitos volcánicos, usualmente cenizas volcánicas o tobas. Se trata de arcillas expansivas con alta plasticidad cuando se mezclan con agua y, bajo su forma natural, la bentonita es una roca que tiene una consistencia friable y untuosa. Generalmente, presenta un color beige claro a oscuro amarillo verdoso y, excepcionalmente, blanco cremoso o verdoso.

Las **esmectitas** son filosilicatos con estructura 2:1, presentando una gran diversidad composicional y son sus características estructurales las que les confieren sus propiedades de hidratación, sellado y retención.

Su estructura está basada en el apilamiento de unidades estructurales poliédricas de coordinación tetraédrica (T) entre las cuales se encuentra una capa central octaédrica (O). En el interior de los tetraedros hay un átomo de silicio (Si^{4+}) coordinado con 4 oxígenos (O^{2-}) situados en los extremos. Por otra parte, los octaedros presentan átomos de aluminio (Al^{3+}) en su interior en coordinación con 6 hidroxilos (OH^-). La conexión entre los tetraedros y octaedros tiene lugar mediante la sustitución de alguno de los hidroxilos por oxígenos. La estructura 2:1 sería por tanto T-O-T formando unidades laminares de extensión infinita (Figura 2.1).

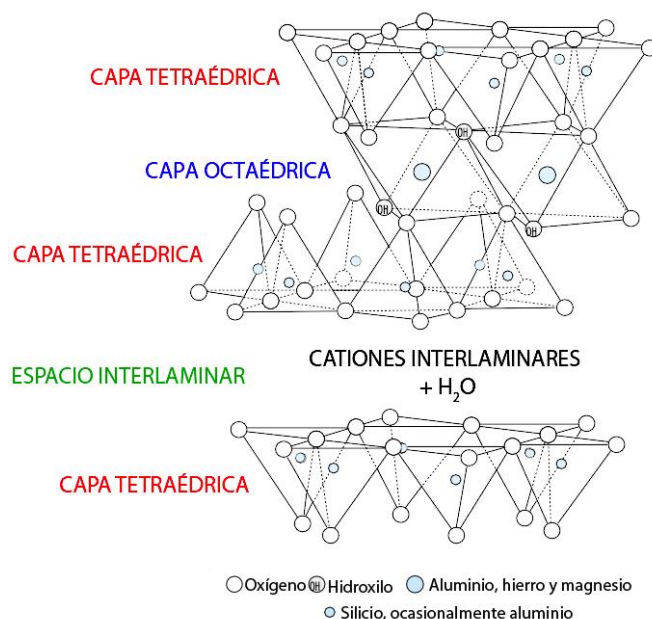


Figura 2.1. Estructura de la esmectita (modificada de Grim, 1968).

Cuando el catión de la capa octaédrica es trivalente, como en el caso del Al^{3+} o Fe^{3+} , una de las tres posiciones catiónicas no está ocupada y, las esmectitas de este grupo, pasan a denominarse dioctaédricas. En este grupo se incluyen, entre otras, las montmorillonitas. El otro grupo de esmectitas se denominan trioctaédricas y la diferencia estriba en que el catión en la capa octaédrica es divalente (Mg^{2+}) y, como resultado, todas las posiciones catiónicas pasan a estar completamente ocupadas.

En función de las sustituciones isomórficas que tengan lugar en las capas octaédricas, las superficies externas (T) estarán cargadas negativamente en mayor o menor grado, por ejemplo, si un catión divalente (Mg^{2+}) sustituye a un catión trivalente (Al^{3+}) se genera una carga negativa (1^-). Para compensar esas cargas negativas resultantes de las sustituciones isomórficas se fijan entre las unidades estructurales T-O-T una serie de cationes débilmente hidratados denominados cationes intercambiables que son fundamentalmente Ca^{2+} , Mg^{2+} y Na^+ .

La presencia de la superficie interlaminar entre las unidades estructurales débilmente cargadas es una característica esencial de este grupo de minerales. Como consecuencia de ello, son capaces de incluir en la interlámina no solo cationes hidratados, sino también agua u otros líquidos polares, dando lugar a expansión de la estructura cristalina y, por tanto, al hinchamiento de la arcilla. Debido a la capacidad de hinchamiento de este tipo de minerales la dimensión en la dirección de apilamiento no es fija y puede variar en función del tamaño de los cationes o número de moléculas de agua situadas entre las interláminas.

El apilamiento de láminas forma partículas primarias y la agrupación de partículas primarias forma agregados. La organización de láminas, partículas y agregados es la responsable de la compleja estructura de poros de la bentonita y está en directa conexión con su funcionamiento hidráulico. De acuerdo con esto habrá tres tipos de porosidad (Stepkowska, 1990) representadas en la Figura 2.2:

- porosidad interlaminar (la más pequeña, 1-10 Å), en la que solo tienen acceso moléculas polares;
- porosidad intra-agregado (<2 nm), dentro de las partículas primarias y entre las láminas adyacentes. Es también conocida como microporosidad;
- porosidad inter-agregado (>2 nm), que de hecho puede ser clasificada como macroporosidad y mesoporosidad dependiendo de si el diámetro de poro está por encima o debajo de 50 nm, respectivamente.

Así, el agua que esté entre en las interláminas estará fuertemente retenida y será difícil de mover. A escala de partícula, el agua rellenará los espacios existentes denominados microporos (agua adsorbida) y, finalmente, entre los agregados, el agua rellenará los macroporos, siendo un agua retenida por fuerzas capilares o gravitacionales y es lo que se denomina agua libre (Figura 2.2). El conjunto del agua contenida en los distintos tipos de poros constituye el agua de hidratación (Gens y Alonso, 1992; Villar, 2000).

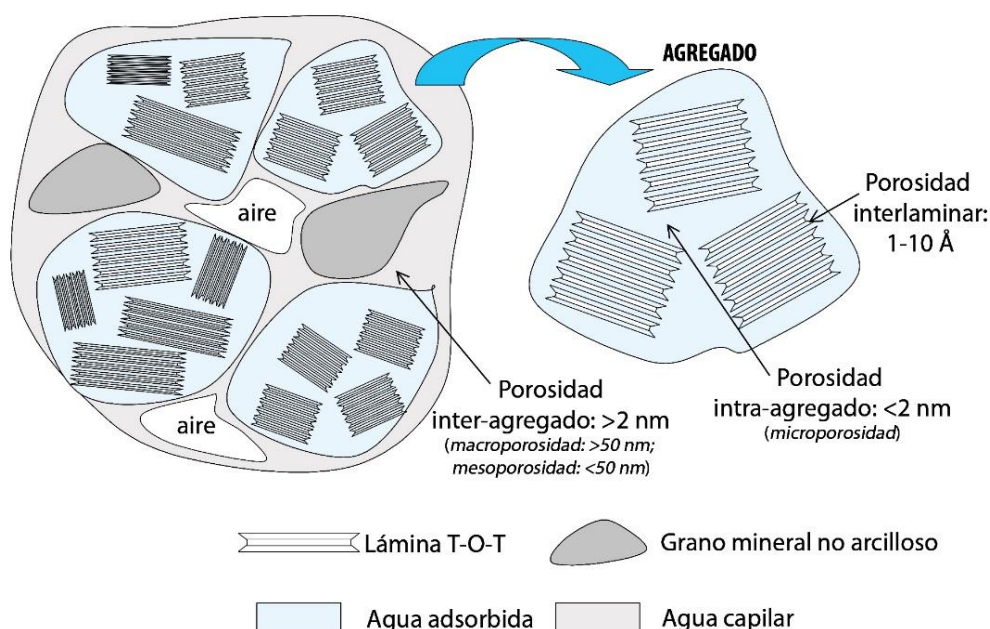


Figura 2.2. Estructura interna de una arcilla bentonítica (modificada de Villar, 2000).

Las innumerables e importantes aplicaciones industriales de este grupo de minerales se basan en sus propiedades físico-químicas como la superficie específica, la capacidad de intercambio catiónico o de absorción, la plasticidad y la hidratación e hinchamiento. Estas propiedades se derivan de:

- tamaños de partículas extremadamente pequeños (<2 nm),
- su morfología laminar (filosilicatos),
- alta relación superficie/espesor,
- sustituciones isomórficas en su estructura cristalina y,
- elevado potencial eléctrico derivado del punto anterior y del tipo de agua (pH solución).

La **superficie específica** o área superficial de una arcilla se define como el área de la superficie externa más el área de la superficie interna (en el caso de que esta exista) de las partículas constituyentes, por unidad de masa, expresada en m^2/g . Las bentonitas poseen una elevada superficie específica total ($150\text{-}800 \text{ m}^2/\text{g}$) derivada de su tamaño de partícula extremadamente pequeño y su estructura de apilamiento laminar, muy importante para ciertos usos industriales en los que la interacción sólido-fluido depende directamente de esta propiedad.

La cantidad de cationes necesarios para compensar la capa negativamente cargada se denomina **capacidad de intercambio catiónico** (CIC) y se corresponde con la suma de todos los cationes de cambio que un mineral puede absorber. Es equivalente a la medida del total de cargas negativas del mineral.

Las cargas negativas pueden ser generadas:

- Por sustituciones isomorfas dentro de la estructura que dan lugar a la aparición de carga en las láminas y a la presencia de cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar (exfoliable). Son también conocidas como carga permanente y suponen un 80 % de la carga neta de la partícula siendo independientes del medio.
- Por enlaces insaturados en los bordes y superficies externas y, por la disociación de los grupos hidroxilos accesibles. Estas sustituciones se localizan en los bordes cristalinos, químicamente activos, y representan un 20 % de la carga total de la interlámina siendo función del pH y de la actividad iónica del medio.

Es una propiedad fundamental de las esmectitas capaces de cambiar fácilmente los iones fijados en la superficie exterior de su estructura cristalina, en los espacios interlaminares, o en otros espacios interiores de la estructura, por otros existentes en las soluciones acuosas envolventes. En el caso de las bentonitas la capacidad de intercambio catiónico varía entre 80 y 150 meq/100 g (Delage, 1993) y es uno de los principales procesos responsables de las propiedades de retención de radionucleidos por parte de la arcilla (**capacidad de absorción**).

La **plasticidad** es una propiedad debida al recubrimiento que forma el agua sobre las partículas laminares de esmectita produciendo un efecto lubricante que facilita el desplazamiento de unas partículas sobre otras cuando se ejerce un esfuerzo sobre ellas. La elevada plasticidad de las esmectitas es consecuencia, nuevamente, de su morfología laminar, tamaño de partícula extremadamente pequeño (elevada área superficial) y alta capacidad de hinchamiento.

Una de las principales características de este tipo de materiales es la propiedad de variar su volumen según su contenido en agua. En el caso de las esmectitas los mecanismos que controlan su hidratación son:

- fijación del agua en los espacios interlaminares mediante enlaces de hidrógeno entre las moléculas de agua y la superficie negativa de la arcilla o atracción dipolo de las moléculas de agua,
- hidratación de los cationes de cambio colocados en las interláminas y,

- a estos mecanismos, habría que añadir el agua que rellena los poros dentro de los agregados y los poros entre un agregado y otro.

Aunque la hidratación ocurre independientemente del tipo de catión de cambio presente, el grado de hidratación, sí está ligado a la naturaleza del catión interlaminar y a la carga de la interlámina. Las esmectitas tienen mayor capacidad de expansión cuando el catión interlaminar es Na^+ pues la interacción eléctrica entre láminas es menor y produce una estructura menos compacta, lo que facilita la incorporación de agua interlaminar (capacidad de absorción hasta tres veces más que sus homólogos divalentes).

En general, los factores que incidirán en el aumento de volumen o en la entrada del agua son las propias características de la arcilla, la disponibilidad y características químicas del agua y la historia tensional a la que ha estado sometida.

Si la arcilla se hidrata sin estar sometida a un volumen constante, la muestra se expande manteniéndose cohesiva gracias a las fuerzas de succión (negativas) que ejerce el agua en su interior. Se denomina succión (afinidad por el agua) a la capacidad de absorber y retener agua por parte de la arcilla cuando no está saturada; siendo su valor elevado en las esmectitas. A veces, dependiendo de la carga mecánica externa, la desaparición de la succión por saturación de la arcilla provoca el colapso de su estructura de forma irreversible.

Cuando la hidratación de la arcilla se produce a volumen constante, evitando su expansión, se originará la denominada **presión de hinchamiento**, generada por dos mecanismos diferenciados por la estructura de hidratación del agua:

- ✓ Hinchamiento cristalino: aparece en primer lugar y se debe fundamentalmente al incremento de las distancias interlaminares por la hidratación de los cationes presentes, lo que genera un aumento de volumen de las partículas de arcilla.
- ✓ Hinchamiento osmótico: aparece en segundo término y se debe a la presencia de la denominada “doble capa difusa”, generada por la diferencia de concentración entre los iones en las superficies externas de las partículas de arcilla y el agua de poro.

La presión de hinchamiento desarrollada será diferente dependiendo de los cationes interlaminares. Si los cationes son divalentes (Ca^{+2} o Mg^{+2}), las interacciones entre láminas son más intensas, a causa de su mayor potencial eléctrico, y tienden a formar agregados que afectan considerablemente al hinchamiento cristalino (Wayllace, 2008).

La presión de hinchamiento es elevada para las esmectitas y, para un mismo material, es función de la humedad inicial y de la densidad seca.

El hinchamiento de las partículas de arcilla provoca modificaciones en la microestructura de la bentonita, ya que los poros más grandes desaparecen como consecuencia del hinchamiento de las interláminas (Figura 2.3). Esto provoca que el flujo de agua a través de la bentonita saturada sea difícil, ya que el volumen de agua libre frente al de agua absorbida en las interláminas es muy pequeño (Villar y Lloret, 2001). Más aún, el hinchamiento de las partículas de arcilla por hidratación hace que parte de la porosidad se haga no-conexa, obturando las trayectorias de flujo. Por este motivo, la **conductividad hidráulica** o **permeabilidad al agua** de las esmectitas es extraordinariamente baja, y menor cuanto mayor es la densidad de la bentonita. En el caso de la bentonita FEBEX la permeabilidad al

agua disminuye exponencialmente con el aumento de densidad (Villar, 2000). En las arcillas compactadas, la estructura de poro y, por tanto, la permeabilidad al agua, no pueden considerarse constantes en el tiempo, y pueden cambiar en respuesta a diversos factores, como la composición de la solución.

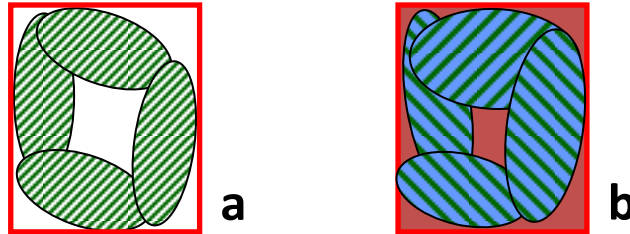


Figura 2.3. Disminución de los poros más grandes por el hinchamiento: (a) estado inicial y, (b) tras hinchamiento.

2.1.2. Rocas almacén

La formación geológica huésped o barrera geológica, estable y exenta, en lo posible, de agua, detiene o retarda el acceso de los radionucleidos al medio ambiente a través de las aguas subterráneas, en caso de fallo de las barreras anteriores.

Las formaciones geológicas favorables se caracterizan por una alta capacidad de confinamiento, expresada por sus condiciones hidrogeológicas y geoquímicas, y por una adecuada estabilidad tectónica y geomecánica. Los principales mecanismos físico-químicos que causan la retención de los radionucleidos son los fenómenos de interacción con la roca, que se engloban bajo el término “sorción”, y que comprende la oxidación-reducción, precipitación-disolución, adsorción en superficie, intercambio iónico, etc.

La roca encajante en el almacén juega un papel muy importante dado que va a incidir en el funcionamiento del resto de las barreras y va a suministrar un elemento de seguridad a largo plazo.

Una parte importante del proceso del diseño del AGP es su selección y correcta caracterización.

2.2. Mecanismos de generación de gas

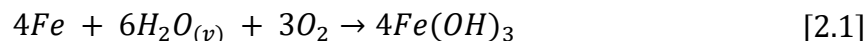
Existen multitud de estudios sobre la generación de gas en distintos materiales de barrera y con diferentes tipos de residuos radiactivos y muchos de ellos han sido compilados y resumidos en Rodwell *et al.* (1999, 2000, 2003). En general, la investigación de los mecanismos de generación de gas se ha centrado en ensayos de laboratorio mientras se han ido desarrollando códigos con el objetivo de modelizar estos procesos para distintos conceptos de almacén. A continuación, se describen los principales procesos de generación de gas que se dan en el sistema de barreras de un almacén geológico profundo de residuos radiactivos, tras su puesta en operación y clausura.

La **corrosión** del metal que conforma el contenedor que alberga los residuos radiactivos es el principal contribuyente a la cantidad de gas total generado en el almacén, y el gas principalmente liberado es hidrógeno.

El término corrosión hace referencia al deterioro de un metal en presencia de un agente oxidante. Esto implica que los metales del contenedor y todos los componentes metálicos utilizados en la construcción de un almacén, pueden verse afectados por procesos de corrosión. Dos de los agentes de corrosión con mayor probabilidad de estar presentes en el repositorio son: (1) el oxígeno del aire inicialmente presente en los espacios porosos de la barrera de bentonita y, (2) el agua, tanto en fase líquida como en fase vapor, presente en la barrera de bentonita y también la procedente de la roca encajante. Además, en el interior del almacén pueden producirse agentes corrosivos secundarios debido a otros procesos (como por ejemplo, radiólisis) que reaccionarían de la misma manera con los metales presentes en el sistema (Rodwell *et al.*, 1999).

En el contacto entre el contenedor metálico y la barrera de bentonita tendrán lugar diferentes procesos de corrosión. Desde el punto de vista químico, la presencia de oxígeno y agua en el sistema condicionará el tipo de proceso corrosivo dominante.

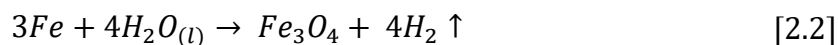
Inmediatamente tras el cierre del almacén, la corrosión aerobia de los materiales que forman el contenedor consumirá el oxígeno que, debido a los trabajos de excavación y construcción del almacén, habrá quedado en los poros de los materiales de barrera y en los huecos de construcción. Este proceso de corrosión en presencia de vapor de agua y oxígeno afectará a la superficie metálica del contenedor mediante procesos del tipo descrito en la siguiente ecuación [2.1]:



Durante la corrosión aerobia no se produce ninguna fase gaseosa. La actividad microbiológica también conlleva una reducción en el contenido en oxígeno, por lo que, en un periodo de tiempo relativamente corto (10 y 50 años según los conceptos suizo e inglés, respectivamente) dicho entorno se encontrará libre de oxígeno (Volckaert *et al.*, 1995).

Los procesos de corrosión anaerobios se verán favorecidos una vez se haya consumido el oxígeno presente en el sistema y la barrera de bentonita se haya saturado completamente debido el continuo aporte de agua exterior. Esta etapa es la de mayor duración temporal en

el periodo de operación del repositorio y coincide con la etapa responsable de la generación de hidrógeno según el proceso del tipo indicado en la ecuación [2.2]:



Los principales parámetros físicos que influyen en la generación de gas por corrosión son la *temperatura* y la *presión*. El incremento en la *temperatura* se traduce en un aumento en la cinética de los procesos corrosivos y de la tasa de generación de gas. Con la acumulación de gas, la *presión* en el sistema aumentará debido a la baja permeabilidad de la barrera de bentonita. El incremento de presión se considera un asunto secundario (Rodwell *et al.*, 1999), pues antes de alcanzar la presión de equilibrio para la reacción química considerada, la integridad del almacén se vería comprometida.

Para un repositorio de residuos que contenga una cantidad de materia orgánica relativamente pequeña el mecanismo principal de generación de gas será la corrosión anaeróbica de los metales presentes en el sistema, por lo que se ha prestado especial atención al estudio de los mecanismos de transporte del gas hidrógeno (Gallé, 2000; Ortiz *et al.*, 2002; Volckaert *et al.*, 1995).

En este tipo de ambientes, al igual que otros muchos sistemas naturales, existen familias de bacterias que consumen hidrógeno del medio durante su actividad biológica. Este tipo de mecanismos capaces de reducir los contenidos de hidrógeno pueden obviarse adoptando una postura conservadora ya que la actividad metabólica de las bacterias se considera que es muy baja en las condiciones a las que está un almacenamiento geológico profundo (Ortiz *et al.*, 2002).

La **radiólisis** es el proceso por el cual se produce la descomposición de ciertos compuestos químicos, como el agua o compuestos orgánicos, por efecto de la radiación presente en el sistema. Se distinguen dos tipos diferentes de radiólisis, interna y externa. La radiólisis interna tiene lugar en los residuos radiactivos y el contenedor y, la externa, en los materiales dispuestos alrededor de dichos residuos como, por ejemplo, la barrera de bentonita y la roca encajante (Rodwell *et al.*, 1999).

La radiólisis interna es más común en residuos radiactivos de baja y media actividad, pero debido a su baja actividad radiactiva, suele jugar un papel secundario en la generación de gas. En los almacenes de residuos radiactivos de alta actividad, sin embargo, los procesos de radiólisis son principalmente externos y tienen lugar en la barrera de bentonita y roca encajante ya que los residuos almacenados en el interior del contenedor apenas presentan compuestos susceptibles de ser descompuestos por radiólisis (Müller, 2001). En este contexto, la descomposición del agua por radiólisis es uno de los procesos más comunes y da como resultado principalmente hidrógeno.

La **degradación microbiológica** de la materia orgánica, como proceso de generación de gas, cobra más importancia en residuos de media y baja actividad por la presencia de materiales como papel, plástico, etc. Sus productos serían principalmente metano y dióxido de carbono (Rodwell *et al.*, 1999).

Sin embargo, las extremas condiciones (termo-hidro-mecánicas) y la falta de materiales biodegradables en un almacenamiento geológico profundo de residuos radiactivos de alta actividad no lo hace un ambiente propicio para el crecimiento y desarrollo microbiano (Francis, 2013).

Si la tasa de generación de gas, principalmente producida por corrosión anaerobia, supera la tasa de transporte por difusión del gas disuelto en el agua de poro, el gas superará su límite de solubilidad (a la temperatura y presión locales) formándose una fase gaseosa libre. Al inicio, se irán acumulando burbujas de gas de manera aislada en los espacios porosos hasta que se forme una fase continua de gas, cuya presión irá en aumento.

2.3. Mecanismos de transporte de gas

En los medios porosos no saturados coexisten dos fases distintas: una fase sólida, constituida por la matriz del medio, y una fase fluida, constituida por líquido (generalmente agua) y gas. El agua ocupa los poros más pequeños mientras que el gas ocupa los de mayor tamaño.

Los mecanismos de transporte de una fase fluida en un medio poroso incluyen la advección (en respuesta a un gradiente de presión) y dispersión hidrodinámica en la matriz sólida, compuesta por un efecto mecánico y por la difusión molecular (en respuesta a un gradiente de concentraciones). Scanlon *et al.* (2002) utilizan estos procesos para la descripción del transporte de la fase gaseosa, considerando solo la difusión molecular y despreciando la dispersión mecánica (Horseman *et al.*, 1996; Ortiz *et al.*, 2002).

Las fases fluidas consideradas presentan propiedades muy distintas que les confieren comportamientos también muy diferentes. Las principales diferencias son respecto a su:

- Densidad: la del gas es muy inferior a la del agua.
- Compresibilidad: el agua es considerada como un fluido incompresible, mientras que el gas sí lo es, siendo su densidad dependiente de la presión.
- Viscosidad dinámica: la del gas puede ser hasta cincuenta veces inferior a la del agua, produciéndose flujos de gas significativos para gradientes de presión pequeños. La viscosidad del gas aumenta con la temperatura mientras que la viscosidad del agua disminuye (Scanlon *et al.*, 2002).
- Perfil de velocidad: en las proximidades de las superficies sólidas (Figura 2.4a), la velocidad de un líquido es igual a cero, mientras que la de los gases no se anula porque presentan cierta movilidad en dicha superficie (Figura 2.4b).

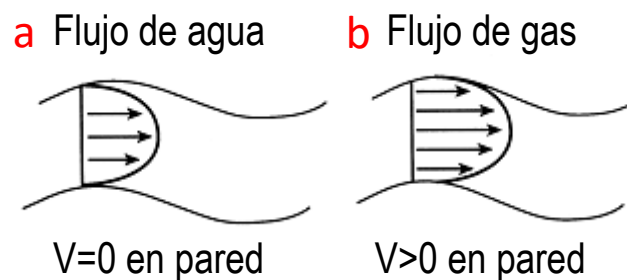


Figura 2.4. Perfiles de velocidad para un flujo de agua (a) y de gas (b) (modificada de Scanlon *et al.*, 2002).

En medios no saturados de agua, la mayoría de transporte tiene lugar en los poros saturados de aire, ya que la movilidad de la fase gaseosa es aproximadamente cuatro órdenes de magnitud mayor que la del agua (Scanlon *et al.*, 2002). Este factor tiene un efecto primordial sobre el transporte gaseoso en función, obviamente, de la proporción de saturación en aire y agua presente en los poros del material y del grado de compactación de la muestra.

Finalmente, los procesos de transporte considerados se reducen a:

- (1) la advección de una fase gaseosa libre en los poros no saturados de agua y,
- (2) la difusión de la fase gaseosa disuelta en la solución.

El transporte de gas a través de los materiales de baja permeabilidad que estarán presentes en el almacenamiento geológico profundo depende principalmente de: (1) la geometría del almacén, (2) las características de los diferentes materiales utilizados (propiedades hidráulicas y mecánicas), (3) las condiciones de contorno (estado de tensiones) y, (4) la velocidad a la que se genera gas.

Un posible escenario de transporte de gas en un almacenamiento geológico profundo de residuos, una vez saturado de agua, sería aquel en el que todo el gas que se produjese dentro del repositorio se disolviera en el agua contenida en los poros del material y luego se transportara por difusión lejos de la fuente (Figura 2.5a) a través de las barreras de ingeniería y naturales.

Sin embargo, experimentos realizados en el laboratorio por el SCK-CEN (Volckaert *et al.*, 1995) en la arcilla Boom completamente saturada, muestran que el flujo de gas (hidrógeno) por difusión puede ser varios órdenes de magnitud inferior a la tasa de generación de gas. Por lo tanto, es de esperar la formación de una fase gaseosa libre en la interfase entre la barrera de bentonita y el contenedor (Wikramaratna *et al.*, 1993; Gallé, 2000; Ortiz *et al.*, 2002; Weetjens y Sillen, 2006), cuya presión irá aumentando.

Un aumento de la presión por encima de la presión capilar podría provocar el desplazamiento de la fase líquida de los poros del material produciendo un flujo advectivo de las fases gaseosa y acuosa (Figura 2.5b). Para presiones de gas superiores (presión de *breakthrough*) podría desarrollarse un flujo de gas a través de la creación y dilatación de trayectorias (Figura 2.5c) y si las presiones de gas fuesen aún mayores, podrían provocar la fractura mecánica del material con la consiguiente formación de vías preferentes de transporte de gas a través de la roca (Figura 2.5d).

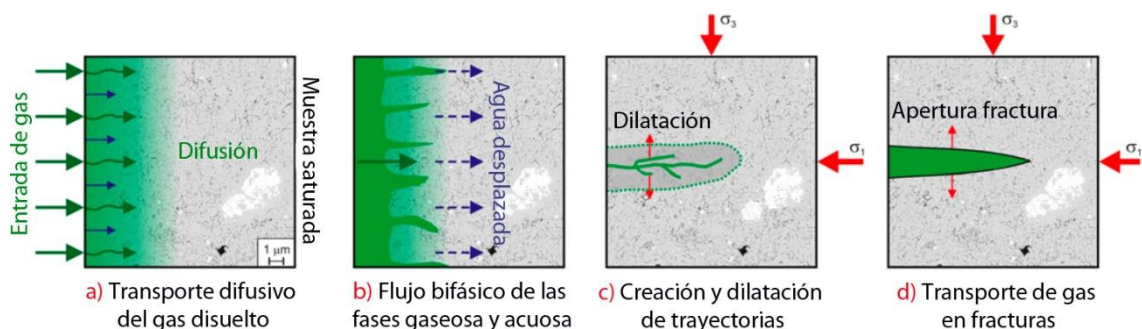


Figura 2.5. Descripción gráfica de los cuatro principales mecanismos de transporte de gas en arcillas completamente saturadas de agua (modificada de Cuss *et al.*, 2015).

A continuación, se explicarán los principales mecanismos de transporte de gas que resultan de especial interés en el contexto de un almacenamiento geológico profundo y que han sido utilizados, a su vez, para modelar ensayos de laboratorio e “*in situ*”.

2.3.1. Transporte de gas disuelto en el agua

A medida que el gas se genera, se disuelve en el agua de poros o fracturas hasta alcanzar una concentración máxima que es proporcional a la presión parcial de dicho gas, a una temperatura dada, de acuerdo con la ley de Henry (1803) [2.3]:

$$C = k \cdot P \quad [2.3]$$

donde C es la concentración de gas disuelto en agua (kg/m^3), k es la constante de Henry para dicho gas ($\text{kg}/\text{m}^3 \cdot \text{Pa}$) y P es la presión parcial del gas sobre el agua (Pa). Suponiendo que la principal fase gaseosa presente en el sistema de barreras es hidrógeno, la solubilidad de este gas en agua y bajo condiciones estándar (1 atm y 25 °C), sería de $0,784 \text{ mol}/\text{m}^3$ ($0,016 \text{ kg}/\text{m}^3$). Suponiendo que el almacén está a una profundidad de 220 m y una presión hidrostática de 2,2 MPa, la solubilidad del hidrógeno en agua a una temperatura aproximada de 32 °C sería de $17 \text{ mol}/\text{m}^3$ ($0,34 \text{ kg}/\text{m}^3$) (Ortiz *et al.*, 2002).

Este gas disuelto en el agua es transportado por procesos advectivos y difusivos. Si la velocidad del agua de poro es baja, los procesos de advección y dispersión mecánica cobran menor importancia y, por lo tanto, el principal mecanismo de transporte se reduce a difusión molecular (Horseman *et al.*, 1996). El proceso de transporte por difusión ha sido objeto de muchos estudios de tipo experimental y teórico (Volckaert *et al.*, 1995; Gallé, 2000) y tiene lugar en cuanto comienza a formarse gas sin la necesidad de alcanzar un valor de presión umbral (Gens, 2000).

El flujo difusivo del gas disuelto en un líquido se obtiene mediante la ley de Fick (1855), que viene expresada en términos de gradientes de fracción de masa de especies por la siguiente ecuación [2.4]:

$$J = -D \cdot \nabla C \quad [2.4]$$

donde J es el flujo difusivo de las moléculas de gas en el líquido ($\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$), D es el coeficiente de difusión (m^2/s) y C es la concentración de gas disuelto en el líquido (kg/m^3) (Crank, 1975; Scanlon *et al.*, 2002). Se han calculado coeficientes de difusión para distintos materiales (Gallé, 2000; Ortiz *et al.*, 2002): para el material usado como barrera natural según el concepto belga, arcilla Boom, los coeficientes de difusión para hidrógeno, medidos mediante ensayos de laboratorio, pueden variar de $4 \cdot 10^{-12}$ a $5 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$. El inferior puede deberse a la interacción química del hidrógeno con el medio durante su transporte difusivo (Ortiz *et al.*, 2002). Estas tasas de transporte de gas por difusión son inferiores a la tasa de generación de gas esperada en el contexto de un almacén geológico profundo.

En cualquier caso, aunque el transporte de gas en disolución es un proceso muy lento en medios arcillosos no fracturados, se debe reconocer su importancia general en los sistemas a escala geológica.

2.3.2. Transporte de gas como fase independiente

Si la tasa de producción de gas en un sistema de barreras es tal que los mecanismos de difusión son insuficientes para transportar el gas en solución lejos de la fuente, se superará el límite de solubilidad del gas en el fluido y se formará una fase gaseosa diferenciada. El flujo de gas libre a través de los materiales de barrera será la vía preferente de escape del gas (Wikramaratna *et al.*, 1993; Horseman *et al.*, 1996; Ortiz *et al.*, 2002). Este es el caso esperado en los almacenamientos de residuos nucleares.

En los siguientes apartados se incluyen aquellos mecanismos de transporte de gas que mejor describen las condiciones dadas en un almacén geológico profundo. El modelo de flujo bifásico basado en el transporte de dos fases independientes (agua y gas) sería apropiado para aquellos materiales porosos que no se encuentran completamente saturados. Sin embargo, para aquellos con un alto grado de saturación, existen otros procesos que describen mejor el transporte de gas (por ejemplo, la creación de trayectorias).

2.3.2.1. Flujo bifásico en medios porosos

El modelo de flujo bifásico se basa en que el transporte de gas en el interior de un medio poroso está gobernado por el flujo de dos fases, la fase gaseosa y la fase líquida. Se consideran dos tipos de sistemas de flujo bifásico: sistemas de fluidos miscibles y sistemas de fluidos inmiscibles.

En el caso de los **fluidos miscibles**, donde no existe una superficie material de separación, los fluidos se entremezclan (hipótesis que podría asumirse para una mezcla de gases), o bien uno de ellos se disuelve y es transportado por el otro (hipótesis que podría asumirse para un gas que se disuelve en un líquido). El flujo laminar o viscoso del fluido combinado está gobernado por la ley de Darcy (1856) [2.5] con el soluto sujeto principalmente a difusión (Volckaert *et al.*, 1995). Esta ley establece que el caudal que atraviesa una sección de un medio poroso (q , m/s) es proporcional al gradiente hidráulico existente y a un factor de proporcionalidad, denominado conductividad hidráulica o permeabilidad al agua:

$$q = \frac{Q}{S} = -k_w \cdot \frac{\Delta h}{\Delta l} \quad [2.5]$$

donde Q es el caudal (m³/s), S es la superficie de la sección atravesada (m²), $\Delta h / \Delta l$ es el gradiente hidráulico o pérdida de potencial hidráulico por unidad de recorrido macroscópico del agua (adimensional) y k_w es la conductividad hidráulica o permeabilidad al agua (m/s).

La permeabilidad al agua depende, a su vez, de las características del medio (permeabilidad intrínseca) y del fluido (viscosidad y su peso específico) [2.6]:

$$k_w = k_i \cdot \frac{\rho \cdot g}{\mu} \quad [2.6]$$

donde k_i es la permeabilidad intrínseca (m²), μ es la viscosidad del fluido (Pa·s), ρ es la densidad del fluido (kg/m³) y g la aceleración de la gravedad (m/s²). La permeabilidad

intrínseca es la propia del material e independiente de las propiedades del fluido que lo atraviesa.

El caudal específico puede representarse en función de los potenciales en juego, mediante la ecuación [2.7]

$$q = \frac{Q}{S} = -\frac{k_i}{\mu} \cdot (\nabla P - \rho \cdot g) \quad [2.7]$$

donde q es el flujo o velocidad de Darcy (m/s) y ∇P es el gradiente de presión (Pa/m). El signo negativo en las ecuaciones [2.5] y [2.7] significa que la dirección del flujo tiene lugar en el sentido en el que disminuye el potencial (generalmente en el que cae la presión).

En el caso de **fluidos inmiscibles**, donde siempre existe una superficie material que separa los fluidos (como podría ser el caso de un gas inerte que se mueve a través de un medio saturado de agua), cada fluido se transporta bajo la influencia del gradiente de presión, de la fuerza de la gravedad, de la viscosidad y de la inercia (Volckaert *et al.*, 1995).

Para un flujo laminar estacionario de fluidos inmiscibles se acepta generalmente la validez de la ley de Darcy para cada fluido separadamente, en este caso una fase líquida que incluye gases disueltos y una fase gaseosa que incluye vapor de agua. De esta forma el caudal específico para cada fluido puede definirse como [2.8] y [2.9]:

$$q_w = -\frac{k_{iw} \cdot k_{rw}}{\mu_w} \cdot (\nabla P_w - \rho_w \cdot g) \quad [2.8]$$

$$q_g = -\frac{k_{ig} \cdot k_{rg}}{\mu_g} \cdot (\nabla P_g - \rho_g \cdot g) \quad [2.9]$$

donde k_{iw} y k_{ig} son las permeabilidades intrínsecas (m²) para cada fluido, k_{rw} y k_{rg} son las permeabilidades relativas, μ_w y μ_g son las viscosidades dinámicas (Pa·s), P_w y P_g son las presiones (Pa), ρ_w y ρ_g son las densidades (kg/m³) para las fases acuosa (w) y gaseosa (g), respectivamente.

En la ecuación [2.9] el término ∇P_g hace referencia a la fuerza impulsora que corresponde al gradiente de presión, y el término $(\rho_g \cdot g)$ se refiere a la acción de la fuerza de la gravedad. El gradiente de presión es la principal fuerza impulsora del transporte advectivo de gas, y la resistencia de ese flujo a fluir viene expresada por la viscosidad del gas (μ_g). Pequeños gradientes de presión pueden provocar substanciales flujos advectivos debido a la baja viscosidad de los gases en comparación con los líquidos (Martín *et al.*, 1998; Scanlon *et al.*, 2002). A su vez, si la masa molecular de los componentes que forman el gas en cuestión es semejante entre sí, la densidad del gas es independiente de la composición y solo es función de la presión de gas.

La permeabilidad relativa es la relación entre la permeabilidad al gas a una saturación dada y la permeabilidad absoluta de la muestra saturada por el fluido. Por tanto, la permeabilidad relativa es función del grado de saturación del fluido (Ho y Webb, 2006).

En el caso del flujo de gas, a partir del flujo medido se obtiene una permeabilidad, que se denomina efectiva (k_{ef}), producto de la permeabilidad intrínseca medida con gas (no reactivo), k_{ig} , por la permeabilidad relativa al gas, k_{rg} , mediante la siguiente ecuación [2.10].

$$k_{ef} = k_{ig} \cdot k_{rg} \quad [2.10]$$

Para un material completamente seco el valor de permeabilidad relativa (k_{rg}) es igual a 1 y cuando está completamente saturado de agua es igual a 0.

De la permeabilidad efectiva, mediante la expresión [2.6] se obtiene la permeabilidad al gas (k_g), teniendo en cuenta su viscosidad y densidad.

El valor teórico de **permeabilidad intrínseca** (k_i) de un material tan solo depende de su estructura, pues se considera no reactivo y no deformable. Su valor no cambia con el fluido utilizado para su medida y está generalmente asociado al diámetro de poro y a la distribución del tamaño de poro. Este valor se puede obtener a partir de ensayos con flujo de gas en un material arcilloso completamente seco, o a través de ensayos con flujo de agua en un material completamente saturado, siendo ambos valores comparables.

Sin embargo, si se producen interacciones entre el fluido y el medio que alteran la estructura del material, la permeabilidad intrínseca puede verse notablemente alterada. En el caso de las arcillas expansivas, el agua reacciona con los minerales arcillosos produciendo una expansión de la red cristalina de las arcillas que reduce el espacio de poros disponible para el fluido. Esto modifica gradualmente la permeabilidad intrínseca (Tindall y Kunkel, 1999; Villar y Lloret, 2001).

La **permeabilidad relativa** de una fase (líquida o gas, k_{rg}, k_{rw}) es la relación entre la permeabilidad efectiva a una saturación concreta y la permeabilidad a saturación completa para dicha fase, dependiendo del grado de saturación.

Existen numerosas expresiones que, a partir de los resultados experimentales, relacionan la permeabilidad relativa al agua con el grado de saturación (S_w o S_r), elevado a exponentes próximos a 3. A modo de ejemplo, la siguiente expresión es dada por Irmay (1954) para el cálculo de la permeabilidad relativa de un líquido (k_{rw}) [2.11]:

$$k_{rw} = S_e^3 = \left(\frac{S_w - S_{wr}}{S_{ws} - S_{wr}} \right)^3 \quad [2.11]$$

donde S_e es el grado de saturación efectivo ($0 \leq S_e \leq 1$), S_w es el grado de saturación de la fase líquida (también abreviado como S_r), S_{wr} es el grado de saturación residual y S_{ws} es el grado de saturación máximo. Este grado de saturación efectivo puede obtenerse de los ajustes de la expresión de Van Genuchten, para las curvas de retención.

Para gases, la permeabilidad relativa (k_{rg}) puede calcularse a partir de la ecuación propuesta por Yoshini y Osterberg (1963) [2.12]:

$$k_{rg} = [e(1 - S_w)]^\beta \quad [2.12]$$

donde e se corresponde con el índice de poros, S_w es el grado de saturación de la fase líquida, β es un parámetro de cada material y $(1 - S_w)$ el índice de poros accesible. Para un material completamente seco el valor de permeabilidad relativa al gas es igual a uno y cuando está completamente saturado de agua es igual a cero.

El flujo de gas requiere una fase gaseosa continua, sobre la que la humedad y el grado de compactación del material arcilloso tienen un efecto decisivo. Cuando los poros se van llenando de agua, el aire es bloqueado, y como resultado, la permeabilidad al gas disminuye con el aumento de la humedad. Matyas (1967) considera que para grados de saturación mayores del 90 %, la fase gaseosa se ocluye completamente y, por consiguiente, el movimiento del gas se reduce a difusión a través del agua de poro. Sin embargo, para grados de saturación por debajo de 85 % la fase gaseosa es continua y comienza el flujo de gas (Corey, 1957; Frenlund y Rahardjo, 1993).

Efecto Klinkenberg

Cuando se usa un gas como fluido para medir la permeabilidad hay que tener en cuenta la densidad del gas que, bajo un gradiente de presión dominará el proceso advectivo cuando la distancia entre las moléculas de gas sea menor que el radio del poro del material. Como resultado, predominarán las colisiones moleculares (Figura 2.6). Klinkenberg (1941) descubrió que los valores de permeabilidad obtenidos con gas eran superiores a los valores medidos con un líquido como fluido permeante en medios que no modifican su estructura porosa con el fluido. Klinkenberg postuló, en base a sus experimentos en laboratorio, que la velocidad del líquido en la superficie de contacto con la roca es cero, mientras que los gases presentan cierta movilidad en dicha superficie de contacto. Este contacto hace que la velocidad sea superior a la real (Figura 2.4) y puede adquirir considerable importancia en materiales con permeabilidades muy bajas (10^{-18} m^2), como es el caso de las arcillas bentónicas (Wu *et al.*, 1998; Tanikawa y Shimamoto, 2006). Este proceso pasó a denominarse efecto Klinkenberg.

Para su corrección, se calculan permeabilidades para diferentes gradientes de presión y se ajustan a una recta los valores de permeabilidad obtenidos en función del inverso de la presión promedio ($1/P_m$), obteniendo así los parámetros k_∞ y b [2.13].

$$k_g = k_\infty + b \cdot \left(\frac{1}{P_m} \right) \quad [2.13]$$

donde k_g es la permeabilidad medida con un gas (m^2), k_∞ la permeabilidad medida a presión infinita con un líquido (m^2), b es la pendiente de la recta y P_m la presión media (Pa). Según la anterior ecuación, la permeabilidad al gas decrece con el incremento de la presión promedio.

El efecto Klinkenberg es una manifestación del flujo difusivo de tipo Knudsen, el cual comienza a ser significativo cuando la distancia promedio entre colisiones en las moléculas

de gases (λ_m) es mucho mayor que el radio de poro (d). En este caso la probabilidad de una colisión entre moléculas es despreciable frente a la de una colisión entre molécula y pared, denominada colisión de Knudsen (Figura 2.6).

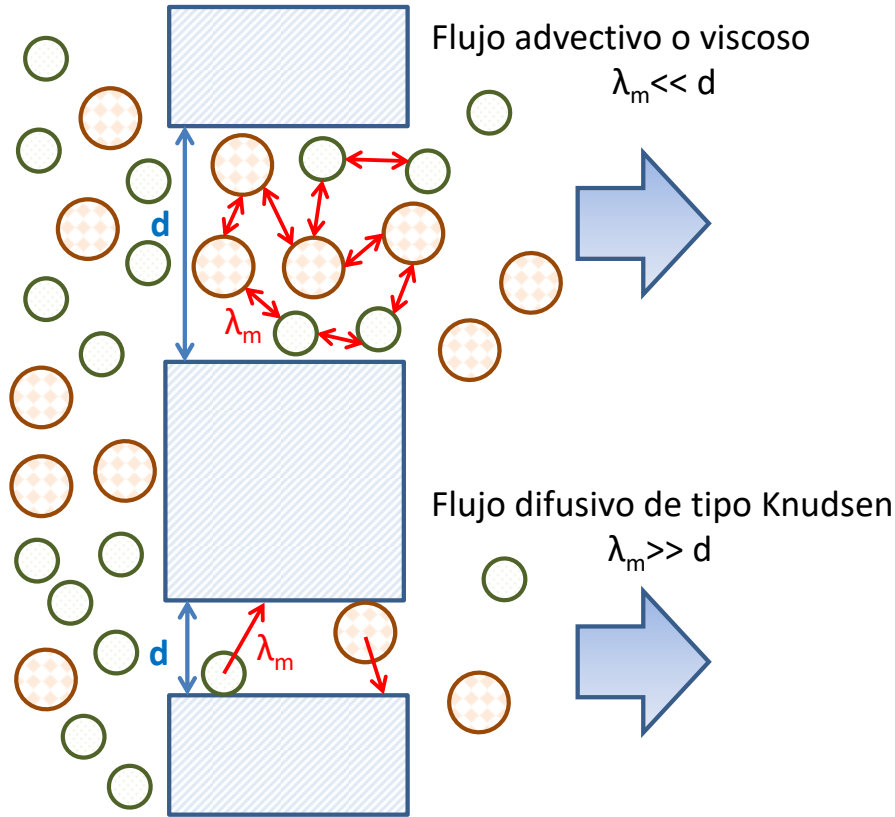


Figura 2.6. Esquema del flujo advectivo o viscoso y el flujo difusivo de tipo Knudsen.

Presión capilar

La interfase entre dos fluidos inmiscibles se encuentra sometida a una tensión superficial, que da lugar a una diferencia de presiones a través de la interfase, diferencia que se conoce como presión capilar (Figura 2.7). La presión capilar (P_c) está relacionada con la tensión superficial y el radio de curvatura de la interfase mediante la siguiente ecuación [2.14]:

$$P_c = P_g - P_w = \frac{2 \cdot \tau_{wg} \cdot \cos \theta}{r} \quad [2.14]$$

donde τ_{wg} es la tensión interfacial ($\text{N} \cdot \text{m}^{-1}$), θ ángulo de contacto entre la interfase agua-gas y r (m) es el radio de un capilar circular (Dullien, 1979). Esta relación constituye la base de la mayor parte de las aproximaciones teóricas al problema de flujo bifásico en medios porosos.

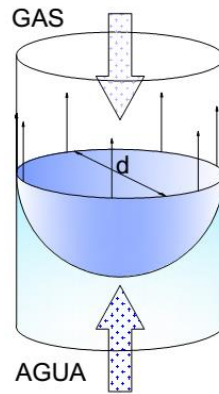


Figura 2.7. Equilibrio capilar agua/aire dentro de un poro representado por un tubo cilíndrico.

La alta afinidad que tienen los minerales de la arcilla por el agua hace que la superficie mineral se encuentre siempre mojada de manera natural haciendo que el contacto entre arcilla y gas sea prácticamente imposible bajo circunstancias normales (Horseman *et al.*, 1996). Por lo tanto, si se toma como cero el ángulo de contacto entre agua y gas ($\theta = 0$), y se asume que el menisco agua-gas es una semiesfera de radio r (Horseman *et al.*, 1996), se puede escribir la siguiente expresión [2.15]:

$$P_c = P_g - P_w = \frac{2 \cdot \tau_{wg}}{r} \quad [2.15]$$

que es la forma elemental de la ecuación de Young-Laplace. El parámetro τ_{wg} es la tensión interfacial entre el agua y el gas y es aproximadamente igual a la tensión interfacial entre el agua pura y el vacío (0,073 N/m a 20 °C; Marschall *et al.*, 2005). El término $P_g - P_w$ es conocido como presión capilar en la industria del petróleo y también como succión matricial en mecánica de suelos.

En arcillas compactadas existen numerosas dificultades para aplicar la ecuación anterior de Young-Laplace (Horseman *et al.*, 1996; Rodwell *et al.*, 1999, 2000; Volckaert *et al.*, 1995) ya que:

- a) la presión P_c ya no es un término simple de presión de poro.
- b) P_w puede no ser constante sobre la sección de una trayectoria capilar.
- c) el menisco agua-gas probablemente no es semi-esférico y puede estar muy distorsionado en un capilar muy estrecho y
- d) no se puede asegurar que la tensión interfacial τ_{wg} permanezca constante a lo largo de la sección de la trayectoria.

Ignorando estas dificultades, se asume que el gas entra en una muestra parcialmente saturada cuando la presión de gas supera el valor menor de la presión capilar en la muestra. Una vez que tiene lugar la entrada de gas en el interior de la muestra, la movilidad de este depende: (1) del grado de saturación en agua, que reduce el movimiento de gas y, (2) de las permeabilidades intrínseca y relativa, siendo esta última, a su vez, dependiente del grado de saturación.

Curvas de retención

La succión total, que es una medida del estado energético del agua en el medio, disminuye a medida que aumenta el grado de saturación o la humedad. Esta relación es típicamente no lineal y difícil de determinar con precisión. La succión (s , MPa) del material es función de la actividad del agua y , y en general, se puede expresar en términos de humedad relativa de equilibrio (HR) en los poros del material, por medio de la ley termodinámica de Kelvin (Edlefsen y Anderson, 1943) [2.16]:

$$s = -10^{-6} \cdot \frac{R \cdot T}{V_w} \cdot \ln\left(\frac{HR}{100}\right) \quad [2.16]$$

donde R es la constante universal de los gases (8,3143 J/mol·K), T es la temperatura absoluta y V_w es el volumen molar del agua ($1,80 \cdot 10^{-5}$ m³/mol). A su vez, esta succión total tiene dos componentes fundamentales, la succión osmótica y la succión matricial. La succión matricial está asociada a las fuerzas capilares que se presentan entre la matriz del material y el agua, y corresponde a la diferencia entre la presión de gas (P_g) y la presión de agua (P_w) en los poros del material [ecuación 2.11]. Además de estas fuerzas, también está la fuerza asociada con las fuerzas de sorción (término que engloba ad- y absorción), que aparecen en los materiales arcillosos. La succión osmótica, por su parte, se debe a la presencia de solutos en el material.

La relación entre la cantidad de agua retenida por un material (expresada como contenido de agua gravimétrico o volumétrico) en equilibrio y una succión dada se expresa mediante la “curva de retención”. Conocida la densidad seca del material, esta curva se representa habitualmente como grado de saturación frente a succión. La curva de retención está relacionada con el tamaño y la distribución de los poros y, por consiguiente, la textura y la estructura del material la afectan de manera fundamental (Tuller y Or, 2005). Al ser sometido a trayectorias de aumento o disminución de la succión progresivas (hidratación o secado, Figura 2.8), aparecen fenómenos de histéresis.

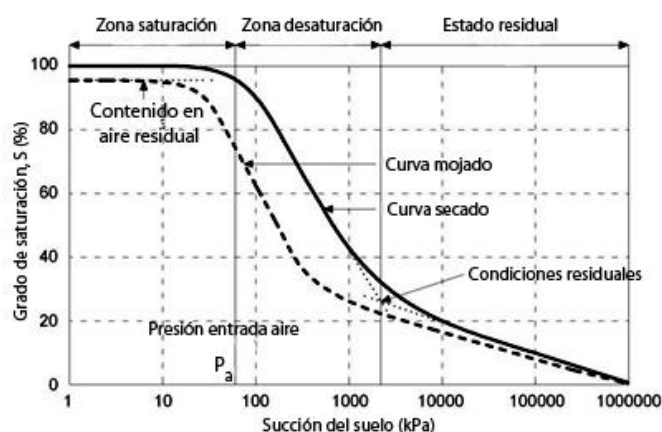


Figura 2.8. Representación gráfica del ciclo de histéresis de una curva de retención tipo.

La expresión de curva de retención mediante una fórmula matemática continua, que permita realizar análisis y modelización de la toma de agua del material y su transporte en condiciones no saturadas, es imprescindible. Una de las expresiones paramétricas más

utilizadas es la dada por Van Genuchten (1980), propuesta para todo tipo de materiales porosos, aunque fue originalmente desarrollada para arenas [2.17]:

$$S_e = \frac{S_w - S_{wr}}{S_{ws} - S_{wr}} = \left(1 + \left(\frac{P_g - P_w}{P} \right)^{\frac{1}{1-\lambda}} \right)^{-\lambda} \quad [2.17]$$

donde S_e es el grado de saturación efectivo ($0 \leq S_e \leq 1$), S_w es el grado de saturación de la fase líquida (también abreviado como S_r), S_{wr} es el grado de saturación residual (irreducible por medios físicos), S_{ws} es el grado de saturación máximo y λ es un parámetro relacionado con la distribución de los tamaños de poro y que controla la forma de la curva de retención del material. El término $(P_g - P_w)$ es la succión matricial (MPa). Por último, P es un parámetro del material relacionado con el valor de presión de entrada de aire (MPa).

Tras ajustar los resultados de las curvas de retención a la expresión de Van Genuchten, es posible obtener el parámetro P , interpretado como el valor de presión a partir de la cual el aire o gas es capaz de entrar en los poros.

2.3.2.2. Trayectorias preferentes de flujo

Horseman y Harrington (1994) sugieren que el gas como fase individual puede entrar en una arcilla inicialmente saturada en agua cuando la presión de gas es superior a la presión capilar del material. Esta presión necesaria para que entre gas a la muestra se denomina presión de entrada de gas, y representa la diferencia necesaria entre la presión de gas y la presión de agua para desplazar el agua de poro en un sistema completamente saturado, a partir de la cual puede ocurrir un flujo bifásico (Marshall *et al.*, 2005). En el caso de una arcilla bentonítica la presión de entrada de gas es muy elevada a causa de su estructura porosa.

Se asume que la entrada de gas desplaza agua y deforma la estructura localmente, compactando el material en su entorno y expandiendo el espacio inicialmente ocupado por el gas. Si la presión de gas sigue en aumento, empujará las partículas de arcilla, agrandando la trayectoria y el radio de poro (dilatación), lo que facilitará la entrada del gas y permitirá su propagación en el material.

Existen dos hipótesis que explican la formación de las trayectorias en función de cómo la presión de gas afecta el equilibrio mecánico del material considerado, material consolidado o roca.

- (1) Si la presión de gas supera localmente el esfuerzo principal menor del campo de esfuerzos total, se crearán vías preferenciales de paso de gas a través del medio poroso, perpendiculares a dicha componente, que liberarán gas de forma súbita (fenómeno denominado *breakthrough*). Como consecuencia, la presión de gas disminuirá rápidamente y, debido a la capacidad de sellado de los materiales arcillosos, los caminos previamente abiertos se cerrarán localmente y la cantidad de gas remanente que quede en el interior de la muestra se equilibrará con el medio con el paso del tiempo. Si la presión de gas aumenta de nuevo hasta alcanzar otro *breakthrough* (P_b), el proceso anterior se repite. Este comportamiento cíclico de

apertura y cierre de trayectorias tendrá lugar mientras la producción de gas sea suficiente para producir los sucesivos episodios de *breakthrough*; en caso contrario, el resto del gas se irá liberando por otros procesos (Mallants y Jacques, 2004). Este mecanismo no desplaza agua y la apertura de estas trayectorias no modifica mucho la porosidad.

Estos fenómenos de flujo intermitente han sido observados en los trabajos de Volckaert *et al.* (1995) y se pueden explicar en términos de propagación y colapso de las trayectorias de gas. Cuando una trayectoria de gas discreta alcanza la salida de la muestra, su presión interna cae rápidamente mientras el gas se libera.

- (2) Si un exceso de presión de gas se aplica durante un largo periodo de tiempo, se crean micro-fracturas incluso a presiones inferiores al esfuerzo principal menor, que causarían la fracturación macroscópica. Estas microfracturas producen un aumento en la porosidad y, consecuentemente, un incremento en la permeabilidad intrínseca. También producen cambios en la relación entre la presión capilar y el grado de saturación de la muestra.

Al tratarse de un proceso lento, es posible establecer un flujo de gas según el modelo de flujo bifásico aplicable a los materiales porosos no saturados. La principal diferencia con respecto al modelo convencional de flujo bifásico es que las propiedades de transporte de gas (permeabilidades relativa e intrínseca, presión capilar) dependen de la deformación del medio poroso y no deben tratarse como invariantes.

Cuando el efecto combinado del desplazamiento de agua de poro y la formación de microfracturas no es suficiente para evacuar la presión de gas, se formarán y propagarán fracturas macroscópicas que se detendrán cuando la presión de gas sea inferior al esfuerzo mínimo principal (Marschall *et al.*, 2005; NAGRA, 2008).

En ambos casos el gas se acumula y aumenta su presión. En la primera hipótesis, la presión rompe súbitamente el equilibrio mecánico del material y produce un *breakthrough* por dilatación de trayectorias con flujo monofásico de gas; este fenómeno es de tipo reversible, pues no afecta a la estructura básica del material y las trayectorias pueden cambiar entre ciclos. Cuando la presión cae por debajo de una presión crítica, las trayectorias se cerrarán cortando el flujo de gas.

En la segunda hipótesis, la presión altera de forma gradual la estructura porosa del material durante un largo periodo de tiempo y genera un flujo de tipo bifásico; este fenómeno es de tipo irreversible, pues afecta a la estructura básica del material, y las microfracturas permanecen en el tiempo, pudiendo generar macro-fracturas. Cuando la presión cae por debajo de una presión crítica, el flujo de gas se corta, pero la mayoría de las trayectorias permanecerán abiertas.

Independientemente de la manera en la que tengan lugar la creación y dilatación de trayectorias, dicho proceso se verá altamente condicionado por el valor de presión de entrada de gas y la distribución de los esfuerzos en el material de estudio (arcilla compactada o roca). Lo que indica que posiblemente ambos mecanismos coexistan en según qué materiales.

2.4. Estudio del transporte de gas en el marco del AGP

Durante estos últimos 20 años se han llevado a cabo una serie de investigaciones con el objetivo de conocer y entender los mecanismos de transporte de gas tanto en las posibles barreras naturales como en la barrera de ingeniería compuesta por arcillas de naturaleza bentónica, en condiciones no saturadas y saturadas.

Una de las dificultades para el tratamiento cuantitativo del transporte de la fase gaseosa en los medios arcillosos es la gran diversidad de aproximaciones al problema. Las teorías matemáticas del flujo multifásico en medios porosos (Bear, 1972; Aziz y Settari, 1979) están basadas en la generalización semi-empírica de la ley de Darcy y en el concepto de permeabilidad relativa. Estas teorías proceden en su mayoría del interés de la industria del petróleo en el movimiento de los hidrocarburos líquidos y gaseosos en los medios geológicos y son extensamente aplicadas a los problemas y los tipos de rocas que atañen a dicha industria.

El transporte de gas en materiales **no saturados** con una fase de gas continua no supone especial dificultad. Bajo dichas condiciones, el flujo de gas tiene lugar a través de la estructura porosa del material y el fenómeno puede ser descrito mediante la fase gaseosa de un modelo de flujo bifásico.

Sin embargo, el transporte de gas en materiales **completamente saturados** es un proceso complejo del que todavía no se tiene un conocimiento adecuado para su tratamiento. En el intento de adquirir un mejor conocimiento sobre dicho proceso, se han llevado a cabo numerosas investigaciones en arcillas saturadas mediante ensayos en laboratorio y la creación de modelos que se ajustaran a los resultados experimentales.

A continuación, se realiza una revisión histórica sobre los ensayos experimentales realizados a escala de laboratorio e “*in situ*” de los diferentes materiales de barrera propuestos por los diferentes conceptos de almacenamiento geológico profundo. En el primer subapartado (2.4.1) se incluyen los distintos tipos de arcillas bentónicas propuestas como material de sellado y, en el subapartado 2.4.2, se citan las rocas almacén propuestas según los conceptos de almacenamiento de diferentes países.

2.4.1. Transporte de gas en materiales de sellado

En el siguiente apartado se describen los estudios sobre transporte de gas en los principales materiales escogidos como barreras de sellado (Tabla 2.1). Se componen principalmente de arcillas de naturaleza bentonítica, aunque varían según el concepto de almacén escogido por cada país: bentonita MX80 (Suecia, Finlandia, Suiza, y Francia), bentonita Kunigel V1 (Japón), bentonita Fo-Ca (Francia) y bentonita Avonlea (Canadá). En la bentonita FEBEX, propuesta por el concepto español, existen estudios previos de transporte de gas en muestras parcialmente saturadas que serán tratados posteriormente.

Tabla 2.1. Principales características de los estudios realizados en los diferentes materiales de sellado.

AUTORES	AÑO	MATERIAL	Catión cambio	Densidad seca (g/cm ³)	TIPO CELDA	DETALLES ENSAYO	GAS
Pusch y Forsberg	1983	MX-80	Na ⁺	~1,35-1,65	Edométrica (Volumen constante)	· Aumento P gas escalones	Hidrógeno Nitrógeno
Pusch <i>et al.</i>	1985			~1,10-1,78			
Tanai <i>et al.</i>	1997	Kunigel V1	Na ⁺	1,60-1,80	Cilíndrica (Volumen constante)	· Aumento P gas escalones	Hidrógeno
Tanai <i>et al.</i>	1997	Fo-Ca	Ca ²⁺	1,60-1,90	Edométrica (Volumen constante)	· Aumento P gas escalones	Hidrógeno
Gallé y Tanai	1998						
Horseman <i>et al.</i>	1999	MX-80	Na ⁺	1,58-1,68	· Camisa (Muestra confinada isotrópicamente) · Cilíndrica (especialmente diseñada)	· Aumento flujo gas constante · Disminución flujo gas escalones · P agua en cola	Helio
Harrington <i>et al.</i>	1999						
Harrington <i>et al.</i>	2003						
Harrington y Horseman	2003						
Hume	1999	Avonlea	Na ⁺	0,95-1,45	Edométrica (Volumen constante)	· Aumento P gas escalones/sostenida	Argón
Graham <i>et al.</i>	2002						
Liu <i>et al.</i>	2014	Mezcla (MX-80 / arena)	Na ⁺	1,77	Triaxial (Presión confinante constante)	· Aumento P gas escalones	Argón

Los primeros estudios en relación a la migración de gas se realizaron en muestras de bentonita MX-80 compactada y fueron publicados por Pusch y Forsberg (1983) en Suecia. Estos autores determinaron la permeabilidad al gas en tres muestras de bentonita MX-80 compactada y completamente saturada aplicando presiones crecientes de gas (hidrógeno y nitrógeno), de manera gradual. Tras finalizar los ensayos, describen el transporte de gas a través de una mínima fracción de la porosidad de la muestra, sin afectar a su humedad y manteniendo las muestras completamente saturadas.

Más adelante, Pusch *et al.* (1985) realizaron otro conjunto de ensayos con el mismo tipo de material, en ocho muestras con densidades secas comprendidas entre 1,10 y 1,78 g/cm³. Los flujos de gas se establecieron a presiones de inyección entre 0,4 y 21 MPa, incrementándose con el valor de densidad seca (Figura 2.9), siendo necesario alcanzar una presión de paso de gas, que denominaron presión crítica. Al aumentar o mantener constante (de 1 a 20 h) esa

presión crítica, el flujo de gas registraba un incremento considerable, momento que denominaron *breakthrough*.

Constataron que para muestras de densidad seca inferior a 1,45 g/cm³, la presión crítica y de hinchamiento eran semejantes. Sin embargo, conforme aumentaba la densidad seca, las presiones de hinchamiento aumentaban exponencialmente siendo superiores a las presiones críticas (Figura 2.9). La propuesta para explicar la diferencia de presiones fue que, en los ensayos con muestras de mayor densidad se incrementó la presión de gas a intervalos temporales menores, obteniéndose una presión crítica inferior a la esperada con los intervalos previos.

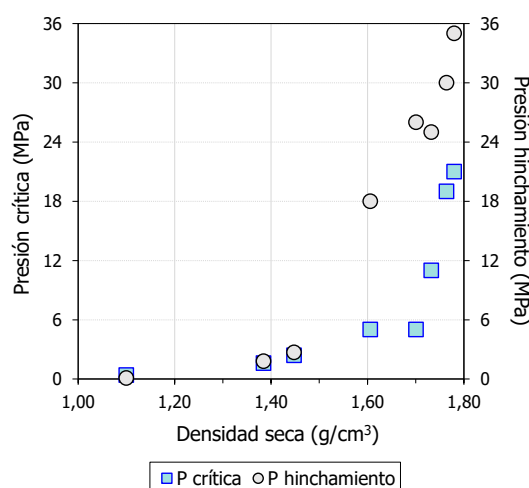


Figura 2.9. Presiones crítica y de hinchamiento frente a la densidad seca de las muestras de MX-80 (a partir de datos de Pusch *et al.*, 1985).

Apoyándose en la bibliografía existente, Horseman *et al.* (1994) argumentaron que las arcillas compactas, inicialmente saturadas en agua, no se comportaban como medios porosos clásicos y que no había que confiar en la cuantificación de transporte en fase gaseosa cuando se aplicaban teorías desarrolladas para otros tipos de materiales.

Algunas características específicas de las arcillas compactadas son claves para el cálculo y modelización del transporte de gas: la interacción compleja entre las fases minerales, el agua y los solutos (Low, 1961, 1987; van Olphen, 1977; Sposito, 1984), las dimensiones sub-microscópicas de los canales de poro (Duppenbecker *et al.*, 1991; Pepper, 1991), la matriz deformable (Wroth, 1971) y la resistencia a la tensión generalmente baja.

2.4.1.1. Experimentos con bentonita Kunigel V1

Tanai *et al.* (1997) midieron la permeabilidad al gas y las presiones de *breakthrough*, para muestras no saturadas y saturadas, de bentonita Kunigel V1 (arcilla japonesa de referencia, procesada por Kunimine Industry Co. Ltd.). Está compuesta principalmente de montmorillonita Na⁺ (49 %) y cuarzo (39 %). Para una densidad seca de 1,80 g/cm³ su presión de hinchamiento es de aproximadamente 4 MPa y su permeabilidad al agua en estado saturado es del orden de 10⁻¹³ m/s.

Se analizó la permeabilidad al gas en función del grado de saturación, con el objetivo de validar el modelo convencional de flujo bifásico en muestras no saturadas.

La muestra granular de Kunigel V1 se compactó uniaxialmente en el interior de la celda (Figura 2.10). Las probetas se prepararon con una altura y diámetro de 1,0 y 5,0 cm, respectivamente, y diferentes grados de saturación a densidades secas de 1,60, 1,70 y 1,80 g/cm³. La permeabilidad intrínseca al gas (H₂, ~10⁻¹⁵ m²) se obtuvo a partir de muestras secas, con un grado de saturación igual a 0. Se midieron permeabilidades intrínsecas en muestras completamente saturadas, siendo sus valores cinco órdenes de magnitud menores a igual densidad seca. Dichos autores asumieron que la diferencia entre las permeabilidades intrínsecas obtenidas con agua y gas se produce por el cambio en la estructura porosa del material arcilloso durante su hinchamiento.

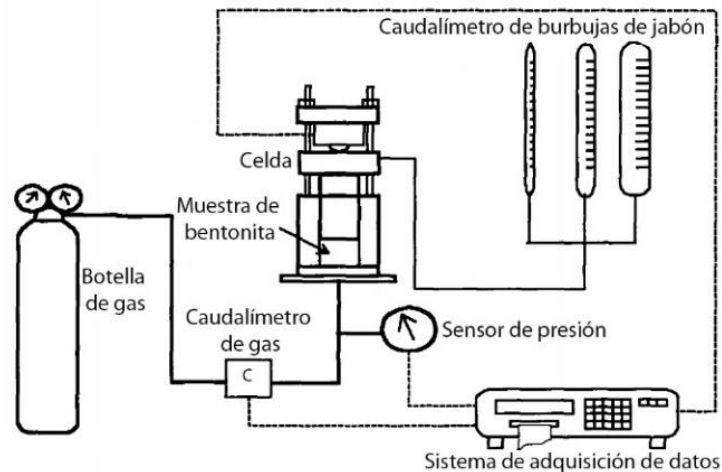


Figura 2.10. Equipo experimental utilizado en los ensayos de inyección de gas en la bentonita Kunigel V1 (modificada de Tanai et al., 1997).

Según las evidencias experimentales, Tanai *et al.* (1997) encontraron que el flujo de gas de la bentonita Kunigel V1 cesa cuando el grado de saturación de las muestras es de ~72 % (Figura 2.11). Por encima de ese valor no existe una fase gaseosa continua disponible y, por lo tanto, el fenómeno de *breakthrough* gana importancia para el transporte de gas.

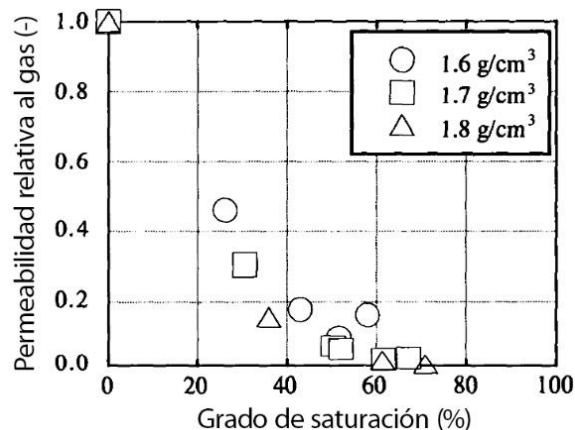


Figura 2.11. Permeabilidades relativas al gas frente al grado de saturación de las muestras de bentonita Kunigel V1 (modificada de Tanai et al., 1997).

Tanai *et al.* (1997) analizó también la relación entre la densidad seca y las presiones de hinchamiento y *breakthrough* en muestras saturadas de bentonita Fo-Ca (siguiente apartado) y bentonita Kunigel V1. Los ensayos se llevaron a cabo fijando una presión inicial de gas de 0,5 MPa, con escalones de 0,5 MPa cada 120 h. Las presiones de *breakthrough*

fueron semejantes a los valores de presión de hinchamiento para ambos tipos de material y aumentaban con la densidad seca (Figura 2.12). Dichos autores suponen que debe haber algún mecanismo por el cual el proceso de hinchamiento de la bentonita determina el fenómeno de *breakthrough*.

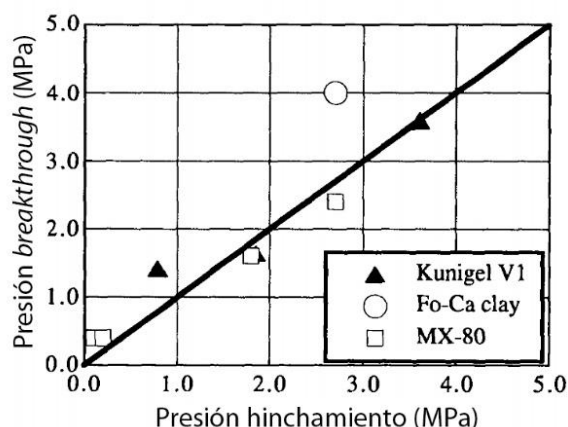


Figura 2.12. Presiones de *breakthrough* frente a la presión de hinchamiento de las muestras de bentonita Kunigel V1, MX-80 [Pusch et al., 1985] (modificada de Tanai et al., 1997).

En las muestras de mayor densidad seca (1,70 y 1,80 g/cm³) se permitió la resaturación entre dos episodios de *breakthrough* consecutivos, obteniendo presiones semejantes. Lo que sugiere que las trayectorias creadas durante el primer episodio de *breakthrough* se sellan completamente por el hinchamiento de la bentonita durante la resaturación.

2.4.1.2. Experimentos con bentonita Fo-Ca

Gallé y Tanai (1998) realizaron una serie de experimentos con la bentonita Fo-Ca, entonces material de referencia del concepto francés. La bentonita Fo-Ca, procedente de la región Vexin localizada en el oeste de la cuenca parisina en Francia, se componía esencialmente de esmectita cálcica (80 %). Al compactarla a una densidad seca de 1,75 g/cm³ presenta una permeabilidad intrínseca (medida con agua) de $5 \cdot 10^{-14}$ m/s, y desarrolla una presión de hinchamiento de 13 MPa.

Los experimentos se realizaron con un equipo desarrollado dentro de un programa japonés, diseñado con el propósito de estudiar la migración de gas hidrógeno en la bentonita japonesa Kunigel V1 (Figura 2.13.a,b).

El equipo edométrico permitía una presión de inyección de gas de hasta 9,3 MPa. Las muestras, con un diámetro y altura de 5,0 y 4,0 cm, respectivamente, se prepararon por compactación uniaxial de la bentonita Fo-Ca granular en el interior de la celda con densidades comprendidas entre 1,60 y 1,90 g/cm³. Con la intención de estudiar el transporte de gas a través de muestras con diferentes grados de saturación (70-100 %), la adición de agua se realizó lentamente en fase vapor y, para conseguir la completa saturación de alguna de las muestras, se les aplicó directamente una presión superior de agua en fase líquida.

Los ensayos consistían en aumentar la presión de gas en uno de los extremos de la muestra en escalones de 0,1 a 0,05 MPa para rangos de tiempo de 12 a 24 h, respectivamente hasta alcanzar el episodio de *breakthrough*. Durante el ensayo de gas no aplicaban ni presión de

agua ni esfuerzos mecánicos a la muestra. La permeabilidad al gas la calculaban a partir del flujo de gas registrado en el extremo de salida de la muestra.

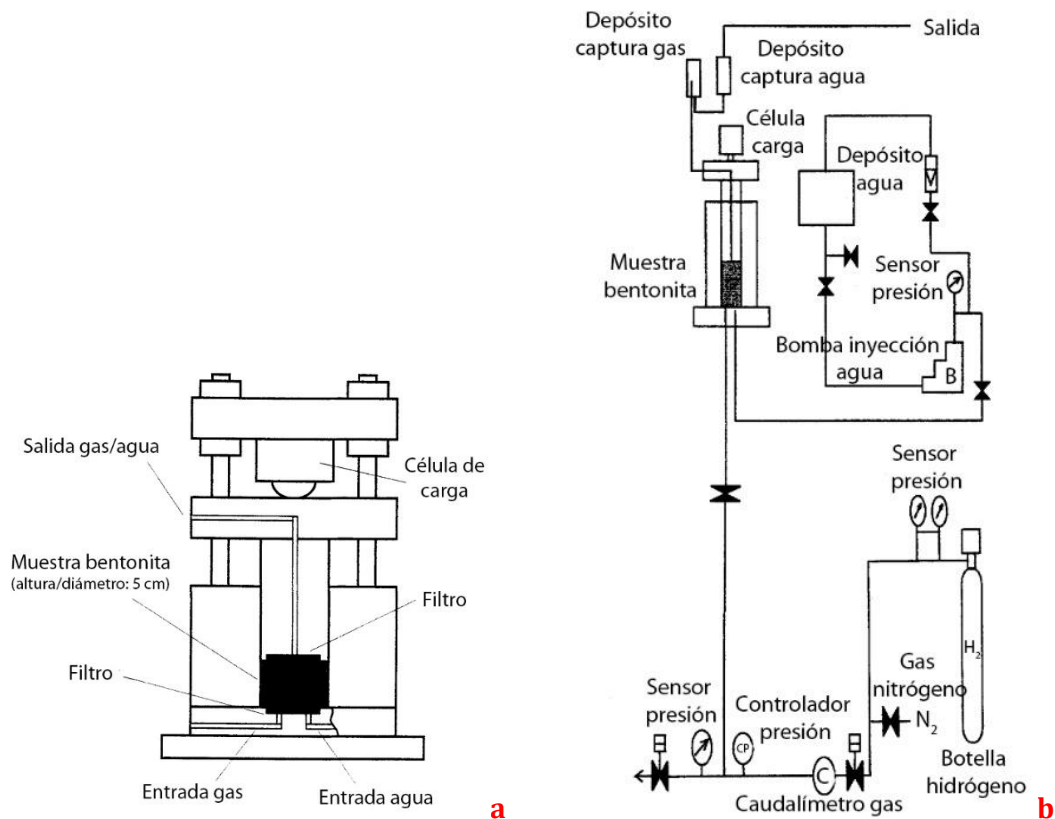


Figura 2.13. Equipo experimental utilizado en los ensayos de inyección de gas en la bentonita Fo-Ca: a) celda edométrica y, b) representación esquemática del equipo. Modificadas de Gallé y Tanai (1998).

Las permeabilidades al gas obtenidas en la bentonita Fo-Ca disminuían conforme aumentaba el grado de saturación y la densidad seca (Tabla 2.2). Las permeabilidades disminuían hasta tres órdenes de magnitud al variar el grado de saturación de 70 a 100 % para muestras de igual densidad seca. Para muestras con un grado de saturación semejante, la permeabilidad disminuía en un orden de magnitud al aumentar la densidad seca en 0,10 g/cm³. Conforme aumentaba el grado de saturación, se incrementaban el número de capilares rellenos de agua (líquida o vapor) aumentando la dificultad del transporte de gas a través de ellos. Por lo tanto, el material se iba convirtiendo cada vez en menos permeable al gas. En cuanto a la disminución de la permeabilidad con el aumento de la densidad seca, lo asocian a una reducción de la porosidad y, por tanto, del espacio por el cual pueden circular los fluidos.

Tabla 2.2. Permeabilidades efectivas al gas (m²) según el grado de saturación y densidad seca de la bentonita Fo-Ca (modificada de Gallé y Tanai, 1998).

Grado saturación S_r (%)	Densidad seca (g/cm ³)			
	1,60	1,70	1,80	1,90
74	$1,7 \pm 0,3 \cdot 10^{-16}$	$2,8 \pm 0,7 \cdot 10^{-17}$	$5,8 \pm 1,4 \cdot 10^{-18}$	$3,1 \pm 0,5 \cdot 10^{-19}$
82	--	$9,2 \pm 2,6 \cdot 10^{-18}$	$3,4 \pm 0,7 \cdot 10^{-18}$	$2,7 \pm 0,4 \cdot 10^{-20}$
90	--	$1,7 \pm 0,6 \cdot 10^{-18}$	$1,5 \pm 0,1 \cdot 10^{-19}$	--
97	$3,9 \pm 2,4 \cdot 10^{-18}$	--	$5,1 \pm 1,5 \cdot 10^{-20}$	--
100	$1,1 \pm 0,1 \cdot 10^{-18}$	$2,0 \cdot 10^{-19}$	$4,5 \cdot 10^{-20}$	$2,5 \cdot 10^{-22}$

Gallé y Tanai (1998) observaron dos presiones umbrales de gas (Figura 2.14): (1) la primera de ellas, más baja, la denominaron presión crítica (P_c) que coincide con el momento en el que se detecta un leve flujo de gas a la salida de la muestra. Por debajo de esta presión umbral el gas no puede migrar a través de la bentonita compactada. (2) La siguiente presión de gas, de mayor valor, denominada presión de *breakthrough* (P_b), corresponde con el momento en el que flujo de gas aumenta drásticamente e informa sobre el cambio de régimen de flujo de gas en el material (entrada masiva). La presión de *breakthrough* fue siempre superior a la presión crítica excepto en aquellas muestras que se encontraban completamente saturadas donde ambas presiones presentaban valores semejantes (Tabla 2.3).

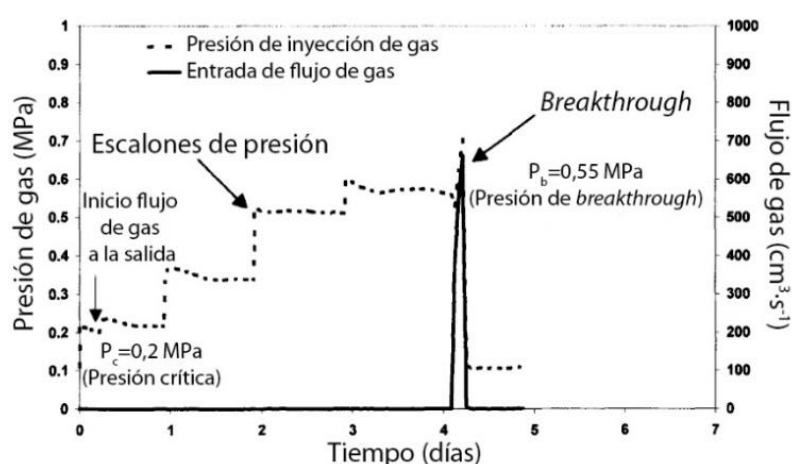


Figura 2.14. Típico resultado de uno de los ensayos de breakthrough obtenido en una muestra de bentonita Fo-Ca (ensayo FoCa4H1696) con una densidad seca y grado de saturación de $1,60 \text{ g/cm}^3$ y 97 %, respectivamente (modificada de Gallé y Tanai, 1998).

Tabla 2.3. Presiones críticas y de breakthrough (MPa) según el grado de saturación y densidad seca de la bentonita Fo-Ca (modificada de Gallé y Tanai, 1998).

Grado saturación S_r (%)	Densidad seca (g/cm^3)							
	1,60		1,70		1,80		1,90	
	P_c	P_b	P_c	P_b	P_c	P_b	P_c	P_b
74	0,15	0,3	<0,15	--	0,15	1,3	<5,1	>9,3
82	--	--	~0,13	~0,8	~0,6	2,1	1,6	>9,3
90	--	--	<0,19	0,6	1,4	2,9	--	--
97	~0,2	~0,55	--	--	~1,6	2,1	--	--
100	4,1	4,3	--	--	--	--	--	--

Los resultados obtenidos con respecto a las presiones de *breakthrough* fueron consistentes con las observaciones realizadas en estudios previos en los que la migración de gas a través de bentonitas compactadas estaba relacionada con la apertura y propagación de caminos preferentes de paso de gas.

A su vez, estos autores, realizaron dos ensayos en muestras de Fo-Ca completamente saturadas con densidad seca semejante y variando la altura (1,0 y 4,0 cm). Las presiones de entrada de gas (presión crítica denominada así cuando la muestra se encuentra totalmente saturada) y la presión de *breakthrough* resultaron ser superiores ($>9,3$ MPa) en la muestra de mayor altura que en la de 1,0 cm cuyas presiones de entrada de gas y *breakthrough*

fueron de 4,1 y 4,3 MPa, respectivamente. Según dichos autores, esto sucede porque la presión de *breakthrough* depende de las propiedades hidromecánicas de la arcilla, conclusión similar a la de Tanai *et al.* (1997).

2.4.1.3. Experimentos con bentonita MX-80

Horseman *et al.* (1999) realizaron una serie de ensayos en los que inyectaron gas (helio) a flujos volumétricos constantes en muestras de bentonita MX-80 compactada isotrópicamente y completamente saturada (>99 %). Dicha bentonita está compuesta principalmente de montmorillonita sódica (92,3 %) y, para una densidad seca de 1,70 g/cm³, desarrolla una presión de hinchamiento de 13 MPa. La permeabilidad al agua para esa misma densidad seca es de 10⁻¹⁴ m/s. Para más detalle ir al apartado 3.1.

Durante los ensayos, la bentonita se encontraba sujeta a un estado confinante isotrópico y en equilibrio con una presión de agua fija. En ambos extremos de las muestras cilíndricas, con dimensiones igual a 4,9x4,9 cm, se colocaron filtros metálicos sinterizados. La muestra y los filtros se confinaron en una camisa de cobre o Teflón.

El equipo experimental estaba compuesto principalmente de: (1) una celda donde se introduce la muestra, (2) un sistema de inyección de gas y agua a la entrada y, (3) un sistema de captura a la salida de la muestra (Figura 2.15).

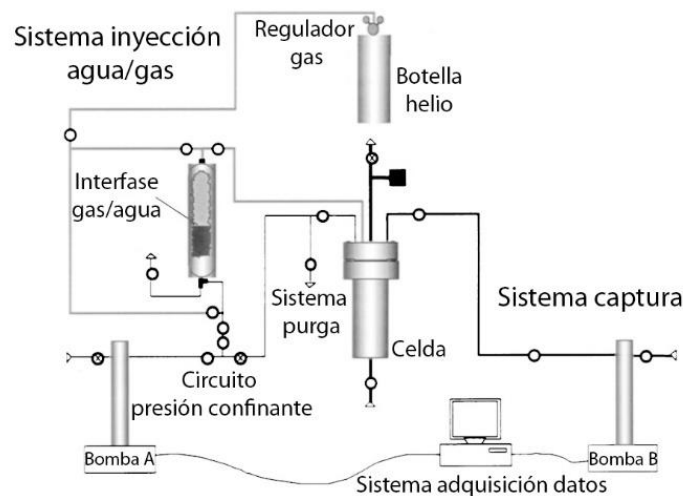


Figura 2.15. Equipo experimental utilizado en los ensayos de inyección de gas en la bentonita MX-80 (modificada de Horseman *et al.*, 1999).

Como representación del conjunto de ensayos, se toma el de una muestra de densidad seca de 1,67 g/cm³. Las condiciones iniciales del ensayo fueron: 16,0 MPa de presión confinante, 1,0 MPa de presión de agua en la salida (P_{wo}) y una velocidad constante de bombeo de 375 $\mu\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$. La presión de gas a la entrada (P_{gi}) de la muestra aumentó gradualmente, produciéndose un episodio de *breakthrough* a una presión de 16,3 MPa ($(P_b = (P_{gi} - P_{wo})_b)$). Este valor, superior a la presión de hinchamiento de la muestra (14,3 MPa), apoya los resultados observados previamente por Tanai *et al.* (1997).

Según los autores, el pico máximo de presión alcanzado, 16,3 MPa (Figura 2.16), probablemente indique un proceso de dilatación de trayectorias, seguido de un transitorio negativo que tiende asintóticamente hacia una presión de 15,2 MPa (estado estacionario).

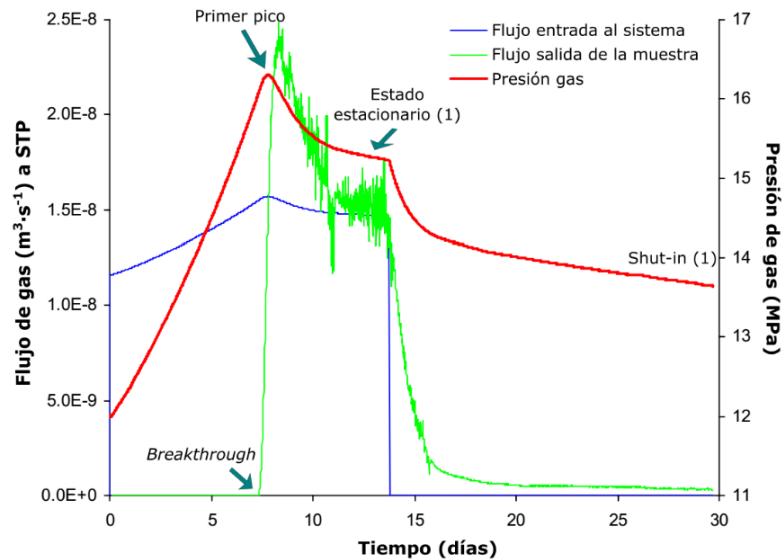


Figura 2.16. Ensayo inyección flujo de gas en arcilla MX-80 (1ª parte). Presión de gas (P_{gi}) y flujos de gas volumétricos (STP) a la entrada del sistema de inyección y a la salida de la muestra (modificada de Harrington y Horseman, 2003).

Parece que al igualarse (+/-) los flujos de entrada y salida, se detuvo la inyección de gas dejando que el sistema alcanzase su presión de equilibrio, denominada presión residual o con el término inglés “shut-in”. Dicha presión correspondería a la presión mínima necesaria para mantener interconectados los caminos de paso de gas en la bentonita. La diferencia entre el valor de presión residual y la presión de agua en cola (1,0 MPa) equivaldría a la presión capilar del material.

Cuando el flujo de salida se consideró despreciable (tras 30 días no se alcanzó un flujo nulo), se restauró la inyección de gas. El flujo de gas se restableció inmediatamente sin registrarse un episodio de *breakthrough* definido. Se produjo un aumento brusco del flujo de gas alcanzada una presión de 15,3 MPa (Figura 2.17, segundo pico, P_{gi}). Este valor era ligeramente inferior a la presión de *breakthrough* obtenida en el primer caso (16,2 MPa).

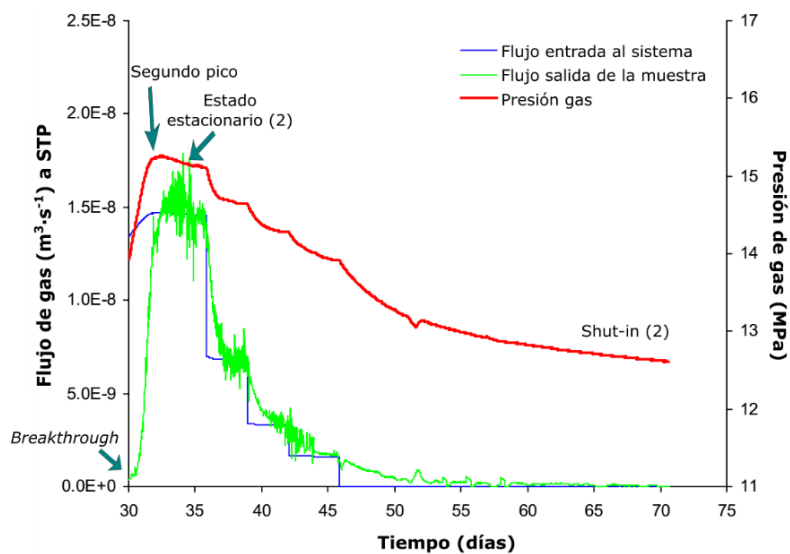


Figura 2.17. Ensayo inyección flujo de gas en arcilla MX-80 (2ª parte). Presión de gas (P_{gi}) y flujos de gas volumétricos (STP) a la entrada del sistema de inyección y a la salida de la muestra (modificada de Harrington y Horseman, 2003).

Seguidamente, se fue descendiendo el flujo de inyección de gas en escalones: 180, 90, 45 y 0 $\mu\text{l}.\text{hr}^{-1}$ (Figura 2.17). La reducción del flujo de entrada de gas a la mitad de su valor anterior, en cada uno de los tramos, producía una disminución similar en el valor del flujo de salida y la presión de gas. Dicha presión disminuyó hasta un menor valor residual de 12,6 MPa (P_{gi}) en 24 días.

Según los autores, el paso de gas no tiene lugar a través de la matriz porosa original de las muestras de bentonita saturada, sino de un cierto número de trayectorias creadas por el gas y posteriormente dilatadas. El flujo de salida de gas (y las permeabilidades asociadas) dependerán del número y morfología de estas trayectorias y no de las propiedades (macroscópicas) del material.

Durante el transitorio negativo de presión se produjo una disminución en el flujo de gas que se estabiliza al estabilizarse la presión en la etapa final. Los autores lo interpretaron como una disminución de las secciones transversales de las trayectorias de paso de gas, limitando el flujo de gas a través de ellas. La geometría interna y conectividad de las trayectorias son susceptibles a variaciones mínimas en la tensión aplicada, presión de agua de poro y presión local de gas.

La disminución de los valores de *breakthrough* y de presión residual se explica por la presencia de burbujas de gas atrapadas en la matriz de la bentonita. Estas burbujas ayudan a la formación de trayectorias en la siguiente inyección de gas.

Estos mismos autores lograron evidencias de la penetración de gas en las muestras. Tras el ensayo, se sumergieron en glicerol y se calentaron para liberar el gas (helio) atrapado en su interior. La aparición de burbujas de gas a través de numerosos puntos en toda la superficie de la muestra y el hecho de la extremadamente baja solubilidad del helio en agua sugirieron que el gas se había comportado como una fase independiente, siguiendo múltiples trayectorias. No se observaron burbujas de gas en muestras no sometidas previamente a un ensayo de gas (Harrington y Horseman, 1999).

Años después, Harrington y Horseman (2003) estudiaron el efecto de las condiciones de contorno sobre el transporte de gas y buscaron la confirmación de los procesos observados previamente, mediante dos equipos especialmente diseñados.

El primero era un permeámetro de flujo radial y volumen constante que permitía monitorizar los esfuerzos axiales y radiales. Estaba compuesto principalmente de: (1) un tubo anular que inyecta el gas hasta el centro de la muestra, (2) tres salidas de gas dispuestas radialmente, (3) cinco sensores para medir los esfuerzos radiales y axiales y, (4) un sistema de monitoreo para la presión de agua de poro (Figura 2.18).

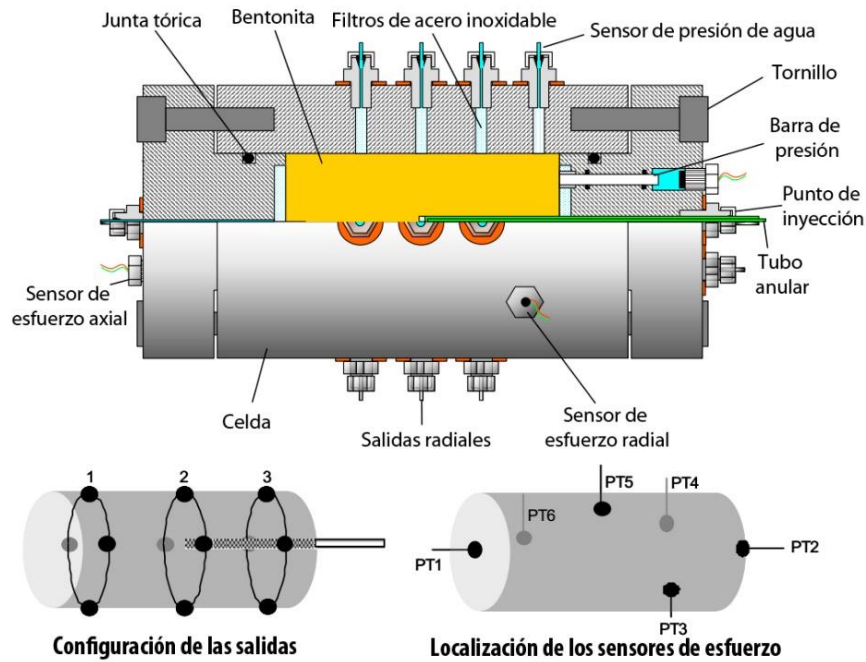


Figura 2.18. Permeámetro de flujo radial y volumen constante (modificada de Harrington y Horseman, 2003).

El segundo era un permeámetro que confinaba la muestra radialmente, pero permitía su expansión axial (Figura 2.19), aplicando una presión confinante isotrópica y una inyección uniaxial de gas. Además, permitía medir la presión de agua de poro, aunque no el conjunto de esfuerzos.

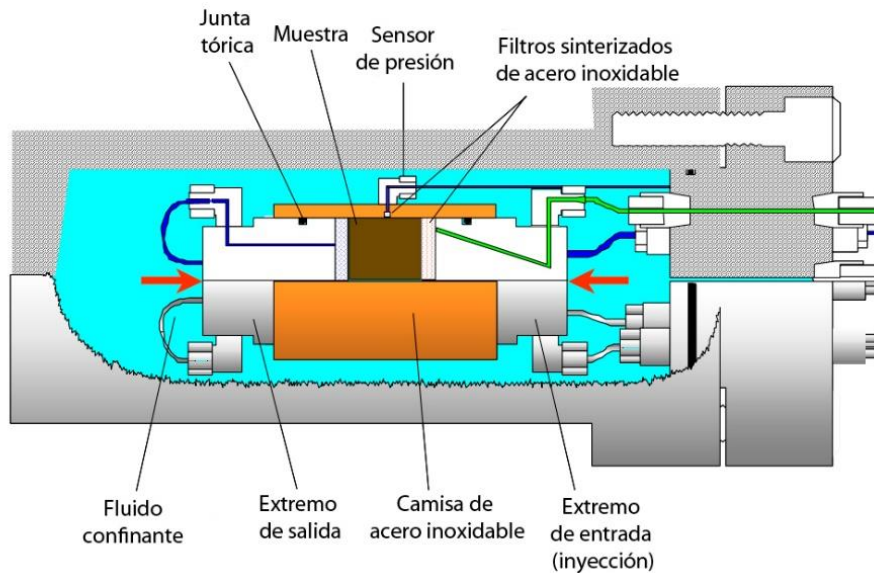


Figura 2.19. Permeámetro de flujo axial que confina radialmente la muestra (modificada de Harrington y Horseman, 2003).

A continuación, se detallan las conclusiones alcanzadas por Harrington y Horseman (2003).

- (1) La entrada de gas y *breakthrough* a volumen constante produce un aumento en la tensión total que actúa sobre la arcilla y en la presión de agua de poro.

- (2) Tras alcanzar el pico, la presión de gas a volumen constante está cercana a la tensión total medio. La caída brusca de la presión de inyección que le sigue se acompaña de una caída en el esfuerzo total, interpretado como una propagación de fracturas. Si la fractura no alcanzase un sumidero, se necesitaría un incremento de presión hasta producir fracturas plenamente conductoras.
- (3) El número de trayectorias de paso de gas a través del material, similares a fracturas, es reducido, al igual que observaron en Horseman *et al.* (1999). Las trayectorias son muy inestables, con cambios repentinos y espontáneos que producen una distribución no uniforme de flujo de gas durante cada experimento.
- (4) Las presiones medidas son sensibles a las condiciones de contorno, lo que parece confirmar que la entrada de gas genera dilataciones en la fábrica de la bentonita. A igualdad de otros parámetros, la tasa de presurización parece ser el elemento clave.
- (5) Al detener la inyección, el flujo establecido hace caer la presión con el tiempo hasta un valor asintótico de presión (*shut-in*). Esta presión representa la presión mínima con la que el gas es capaz de moverse en la muestra y supera la presión de agua de poro en una cantidad igual a la presión capilar (Horseman *et al.*, 1999). Bajo condiciones de volumen constante la presión capilar es semejante al valor de presión de hinchamiento.
- (6) Se confirmaron observaciones de otros autores sobre la ausencia de desaturación durante el flujo de gas a través de la bentonita completamente saturada al pasar volúmenes importantes de gas durante tiempos largos (60 L STP, 8 MPa, 5 meses). Aunque no se consiguieron evidencias de desplazamiento de agua de poro, desaturación o flujo bifásico convencional en la bentonita, no se puede descartar cierta pérdida de agua por consolidación de la arcilla al alcanzar presiones de gas superiores a la suma de la presión de hinchamiento y la presión de agua externa.
- (7) No observaron evidencias de que las trayectorias de paso de gas comprometan la capacidad de sellado de la barrera de bentonita. En los ensayos se produjo el cierre espontáneo de las trayectorias y el restablecimiento de los esfuerzos tensionales y no se detectaron efectos sobre la permeabilidad al agua.

2.4.1.4. Experimentos con bentonita Avonlea

Hume (1999) estudió en detalle la bentonita sódica compactada Avonlea, cuya mezcla con arena al 50 %, es el material de sellado propuesto por el concepto canadiense. Dicha arcilla procede de la formación Bearpaw sedimentada durante el Cretácico Superior al sur del estado de Saskatchewan en Canadá.

Entre otros, dicho autor realizó dos tipos de ensayos de laboratorio en probetas únicamente compuestas de bentonita Avonlea. En el primero de ellos, aumentaba la presión de gas en intervalos de tiempo constantes hasta que tenía lugar el *breakthrough* (ensayos tipo (1)) y, en el segundo, aplicaba una presión de gas constante para distintos intervalos de tiempo (ensayos tipo (2)).

Los ensayos del tipo (1), se comenzaron con una diferencia de presión de 0,5 MPa entre ambos extremos y fueron incrementando en 0,2 MPa cada 5 min, hasta un máximo de 10 MPa. Se realizaron en condiciones de volumen constante controlando los flujos de gas en ambos extremos de la muestra (Figura 2.20a).

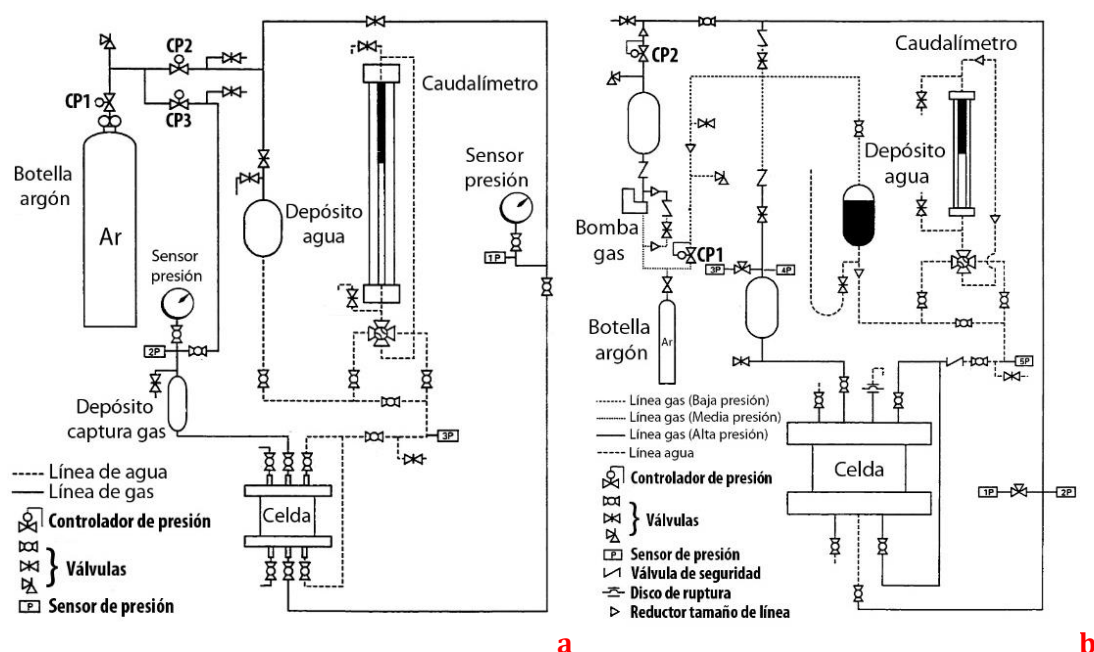


Figura 2.20. Equipo experimental utilizado en los ensayos de inyección de gas en la bentonita Avonlea: a) baja presión y, b) alta presión. Modificadas de Hume (1999).

En la Figura 2.21 quedan representadas las presiones de *breakthrough* frente al grado de saturación de muestras con densidades comprendidas entre 0,95 y 1,45 g/cm³ (Graham *et al.*, 2002). A partir de un grado de saturación superior al 93 % se produjo un notable incremento en la presión de *breakthrough*, e incluso, en algunas de las muestras, se superó la capacidad del ensayo (10 MPa), lo que motivó un nuevo diseño experimental (Figura 2.20b). Además, las presiones de *breakthrough* aumentaron conforme la densidad seca de las muestras era mayor (Figura 2.22).

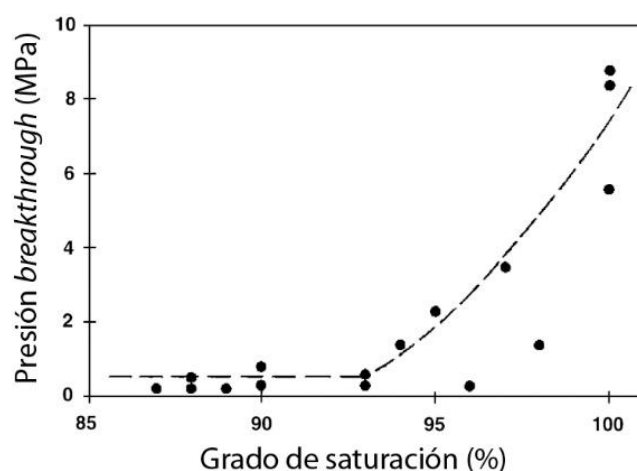


Figura 2.21. Presión de *breakthrough* frente al grado de saturación de las muestras de bentonita Avonlea (modificada de Graham *et al.*, 2002).

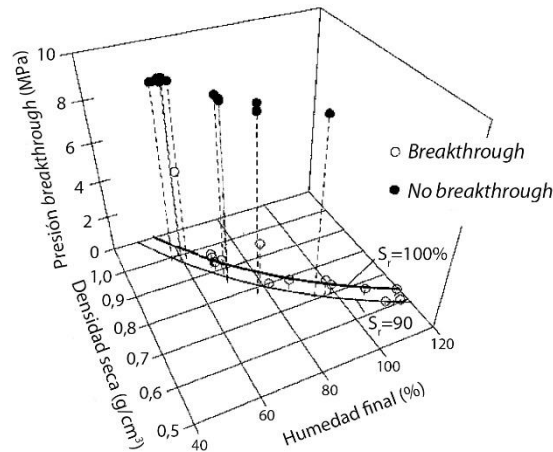


Figura 2.22. Presión de breakthrough frente al grado de saturación y la densidad seca de las muestras de bentonita Avonlea (modificada de Graham et al., 2002).

Un segundo equipo experimental permitió alcanzar mayores presiones de *breakthrough* (50 MPa, Figura 2.20b). La metodología de los ensayos se modificó ligeramente, aplicando una presión inicial de 0,8 MPa que se fue incrementando en 1,0 MPa cada 5 min hasta el límite del equipo.

En los primeros resultados obtuvieron episodios de *breakthrough* para muestras saturadas con densidades inferiores a 1,15 g/cm³ que resultaron no ser tales. Al saturarlas por completo, aplicando presiones de agua más elevadas (5 MPa), no fueron capaces de conseguir presiones de *breakthrough* para densidades secas superiores a 0,60 g/cm³ a pesar de la elevada capacidad del equipo experimental.

En los ensayos de tipo (2), en los que pretendían relacionar la presión de *breakthrough* con el rango de tiempo, Hume (1999) aplicó presiones de gas constantes durante un largo periodo de tiempo. Para ello, aumentó la presión de gas en 0,2 MPa cada hora en lugar de cada 5 min (Figura 2.23a). Según los resultados, este autor encontró una relación inversa entre el tiempo necesario para que sucediera un episodio de *breakthrough* y la presión de *breakthrough* para una misma muestra. Por ejemplo, para una muestra con una densidad seca de 1,00 g/cm³ la presión de *breakthrough* fue de 0,3 MPa tras 120,5 h. Sin embargo, otra muestra de semejante densidad no llegó a alcanzar la presión de *breakthrough* tras alcanzar el límite del equipo (50 MPa) cuando la presión se incrementó en 0,2 MPa cada 5 min (Figura 2.23b).

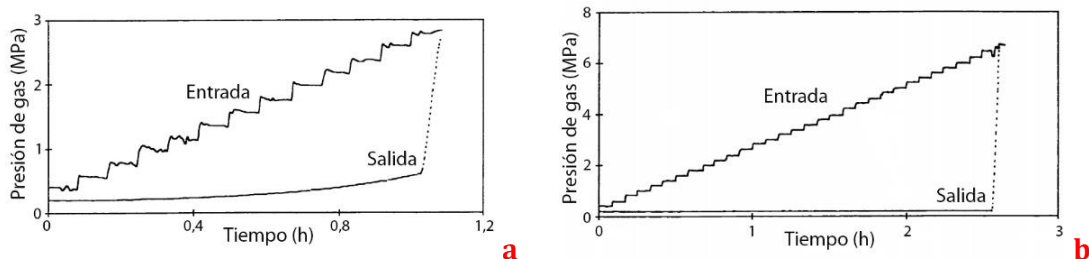


Figura 2.23. Ensayos de inyección de gas en la bentonita Avonlea en los que se han aplicado diferentes pautas de subida de presión: a) aumento presión de manera más lenta y, b) aumento presión de manera rápida y (modificadas de Hume, 1999).

A la vista de los resultados obtenidos en dichos experimentos, Hume postuló que el tiempo necesario para que suceda un episodio de *breakthrough* es igual al tiempo necesario para

que el agua fluya mientras se crea el camino de paso de gas. La relación inversa hallada entre el tiempo y la presión de *breakthrough* implicaría que para un periodo de tiempo infinito la presión de *breakthrough* sería 0, por lo que si se permite un tiempo suficiente, el gas fluiría a presiones ligeramente superiores a la presión de cola fijada. Dicha hipótesis rechaza la existencia de una presión de entrada de gas sujeta a la capilaridad de la muestra que controle la entrada de gas en un medio poroso completamente saturado (Harrington y Horseman, 2003). Sin embargo, Hume (1999) comenta que los resultados obtenidos en los ensayos en los que se ha aplicado una presión de gas constante no excluyen la posibilidad de que exista una presión umbral de entrada de gas a la muestra.

2.4.1.5. Experimentos con mezcla MX-80/arena

Las mezclas de bentonita y arena son otra de las opciones escogidas como material de sellado y relleno por países como, por ejemplo, Suiza y Francia. En el trabajo publicado por Liu *et al.* (2014) prepararon mezclas con una proporción del 70/30 de bentonita MX-80 y arena. Intentaron que las muestras montadas alcanzaran una densidad seca de $1,96 \text{ g/cm}^3$ y humedad higroscópica del 12 %, y, conseguir así, tras su completa saturación, una presión de hinchamiento de 7 MPa. Las muestras fueron compactadas a 12 MPa con unas dimensiones próximas a 42 mm de diámetro y 25 mm de altura. Sin embargo, tras el montaje, las muestras resultaron ser ligeramente menos densas ($1,77 \text{ g/cm}^3$) aunque, según dicen dichos autores, no supuso un problema para los tipos de ensayos que se realizaron. La humedad tras la completa saturación de las muestras fue del 21 %.

En los ensayos pretendieron determinar el transporte de gas durante el proceso de saturación de la barrera bentonítica. Para ello, en primer lugar, simulaban la saturación de la zona externa de la barrera que se encuentra en contacto con la roca encajante (saturada) aplicando agua directamente a la muestra (Figura 2.24, 1ª Fase). A continuación, reprodujeron la saturación de una zona más interna de la barrera (más próxima al contenedor) aplicando un flujo de agua por un extremo (procedente de la zona externa de la barrera saturada) y de gas por el otro (procedente del contenedor). Para ello, pusieron en contacto dos bloques, uno completamente saturado simulando la zona externa y otro parcialmente saturado, suponiendo la zona más interna. Durante esa fase, hicieron diferentes ensayos variando la presión de gas desde 2 a 8 MPa (Figura 2.24, 2ª Fase). Por último, retiraron el bloque inicialmente saturado e inyectaron gas hasta alcanzar el *breakthrough* y conseguir un flujo de gas a través de la muestra (Figura 2.24, 3ª Fase).

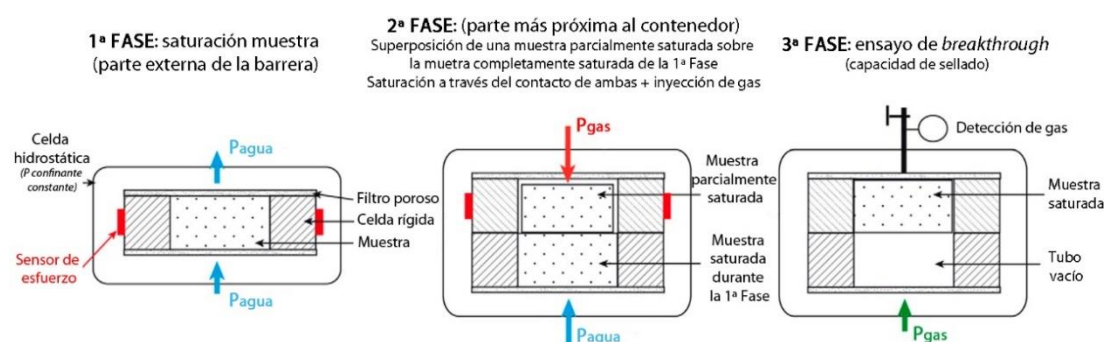


Figura 2.24. Fases en cada uno de los experimentos realizados en las mezclas MX-80/arena analizadas (modificada de Liu *et al.*, 2014).

Para llevar a cabo sus ensayos, diseñaron un equipo experimental específico con el fin de reproducir cómo evoluciona la saturación y, por tanto, el hinchamiento, además de evaluar la capacidad de sellado de las mezclas en presencia de agua y gas. Las presiones fijadas de agua (4 MPa) y gas (de 0 a 8 MPa) fueron semejantes a las esperadas en las condiciones “*in situ*” del almacén. Durante el conjunto de fases se fijó una presión confinante constante de 12 MPa. En la 3ª Fase se aumentó la presión de inyección de gas en 1 MPa cada tres días hasta que tuvo lugar un flujo de gas a través de la muestra.

Algo característico de los ensayos realizados por Liu *et al.* (2014) fue el uso de dos tipos de celdas: (1) una celda con pared lisa [Plexiglas™-aluminium] con sensores de presión y otra, (2) con la pared ranurada, sin sensores de presión ya que la superficie irregular limita la medida de la deformación (Figura 2.25). Con esta última intentaron comprobar si el flujo de gas tenía lugar a través de la interfase muestra-celda.

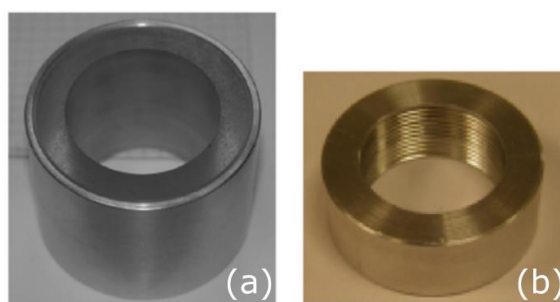


Figura 2.25. Celdas usadas en los ensayos de breakthrough en Liu *et al.* (2014): (a) celda con la pared interna lisa y, (b) celda ranurada internamente.

Dichos autores observaron que, en las muestras saturadas sin presencia de gas, la velocidad de saturación era mayor (5 días) en las que habían estado en contacto directo con el agua que aquellas saturadas a través del contacto de una muestra previamente saturada (1 mes). Por lo tanto, en condiciones “*in situ*” las muestras que se saturarían a una mayor velocidad serían las que se encontraran en contacto directo con la roca encajante saturada.

Liu *et al.* (2014) definieron dos presiones de *breakthrough* en función del tipo de flujo de gas que recogen: (1) presión discontinua (P_{dis}) correspondiente a un flujo de gas inicial intermitente o discontinuo y, (2) presión continua (P_{con}) que conlleva un flujo de gas continuo. Los flujos de gas continuos tuvieron lugar a presiones superiores (7,1-8,1 MPa) que los flujos de gas discontinuos (3,6-4,6 MPa) y fueron también ligeramente superiores a las presiones de hinchamiento.

Mientras que las muestras montadas en celda con pared lisa registraron flujos de gases a presiones inferiores a 10 MPa, las montadas en pared ranurada no produjeron ningún registro por lo que llegaron a la conclusión de que las interfases lisas entre la muestra y la celda facilitaban el paso de gas y actuaban como camino preferente de paso de gas.

En muestras saturadas en presencia de agua y gas, las presiones de hinchamiento alcanzadas fueron semejantes a las saturadas únicamente en presencia de agua, excepto cuando la presión de gas era superior a 2 MPa. En ese caso, tanto las presiones de hinchamiento como las presiones de *breakthrough* (P_{dis} y P_{con}) resultaron ser inferiores, hecho que los autores achacaron a que las muestras no se encontraban completamente saturadas. Llegaron a la conclusión de que las presiones de *breakthrough* dependían mucho

del grado de saturación de las muestras, y que la capacidad de sellado de la barrera podía verse afectada si la presión de gas en el almacén fuera superior a 2 MPa.

2.4.2. Transporte de gas en barreras naturales

En los materiales escogidos como barreras naturales se realizan ensayos tanto de laboratorio como “*in situ*”. Los materiales escogidos como roca encajante que vienen a continuación presentan una serie de apartados en función de si el ensayo ha sido realizado con una muestra extraída en el laboratorio o directamente en condiciones “*in situ*” (Tabla 2.4).

Según el concepto de almacén escogido por cada país, las rocas encajantes pueden ser de naturaleza arcillosa, granítica, salina, etc. En este apartado se incluyen tres ejemplos de rocas arcillosas propuestas en Bélgica (Boom), Francia (Callavo-Oxfordiense) y Suiza (Opalinus).

Tabla 2.4. Principales características de los estudios realizados en los diferentes materiales propuestos como barreras naturales.

AUTORES	AÑO	ROCA ARCILLOSA	ESCALA ENSAYO	TIPO ENSAYO	DETALLES ENSAYO	GAS
Horseman y Harrington	1994	Boom (inalterada)	Laboratorio	Triaxial	· Confinamiento triaxial · Aumento flujo gas constante	Helio
Volckaert <i>et al.</i>	1995	Boom (remodelada)	Laboratorio	Edométrico	· Volumen constante · Aumento P gas escalones	Argón
		Boom (inalterada)				Helio
Volckaert <i>et al.</i>	1995	Boom (inalterada)	“ <i>In situ</i> ” HADES	--	· Aumento P gas escalones	Helio
Rodwell	2000					
Marschall <i>et al.</i>	2005	Opalinus (inalterada)	Laboratorio	Triaxial	· Confinamiento triaxial · Aumento P gas escalones	Helio
Marschall <i>et al.</i>	2005	Opalinus (inalterada)	“ <i>In situ</i> ” Mont Terri	--	· Aumento flujo gas constante · Aumento P gas escalones	Nitrógeno
Jacops <i>et al.</i>	2014					
Harrington <i>et al.</i>	2012	Callavo-Oxfordiense (inalterada)	Laboratorio	Triaxial	· Confinamiento triaxial · Aumento flujo gas escalones/constante	Helio
Cuss <i>et al.</i>	2015		“ <i>In situ</i> ” Bure	--	· Aumento P gas constante	Nitrógeno

2.4.2.1. Experimentos con arcilla Boom

Como parte del proyecto MEGAS (CEC PEGASUS Programme) se realizó un estudio sobre la migración de gas en la roca arcillosa Boom, candidata a roca encajante según el concepto de almacenamiento belga, revelando las principales características del transporte de gas en esta arcilla plástica sobreconsolidada (Horseman y Harrington, 1994; Volckaert *et al.*, 1995). La arcilla Boom está compuesta principalmente por minerales arcillosos (60 %), además de cuarzo (20 %) y, en menor proporción, otros minerales como feldespatos, carbonatos, etc. Para una densidad seca comprendida entre 1,90 y 2,10 g/cm³ presentaba permeabilidades al agua entre 1,3-3,4·10⁻¹² y 3,5-7,9·10⁻¹² m/s, en dirección perpendicular o paralela a la

estratificación, respectivamente. La presión de hinchamiento fue de 0,9 MPa (Volckaert *et al.*, 1995).

- Ensayos en laboratorio: tipo triaxial

Horseman y Harrington (1994) realizaron una serie de experimentos de inyección de gas en muestras de arcilla Boom confinadas triaxialmente, con flujos de gas en las direcciones perpendicular y paralela a la estratificación. Tras la determinación de la permeabilidad al agua, inyectaron pequeños flujos de gas (helio) en la parte superior de la muestra mediante una bomba de jeringa.

El equipo experimental utilizado es el mismo que se usó posteriormente en las muestras de bentonita MX-80 descrito en el apartado 2.4.1.3 (Figura 2.15, Horseman *et al.*, 1999). Los ensayos estuvieron sujetos a un esfuerzo total isotrópico constante correspondiente al equivalente en condiciones “*in situ*” (4,4 MPa). Las muestras de arcilla fueron extraídas directamente de la formación Boom y preparadas con un diámetro de 4,9 cm y dos alturas diferentes, 4,9 y 2,45 cm, según si las muestras eran perpendiculares o paralelas a la estratificación, respectivamente.

Cada uno de los ensayos constaba de las siguientes etapas: (1) saturación de la muestra a las condiciones “*in situ*”, (2) medida de la permeabilidad al agua, (3) periodo de reequilibrio y, finalmente, (4) inyección de gas.

Al inicio de la etapa de inyección de gas, la bomba se fijó a una tasa de bombeo igual a $375 \mu\text{L h}^{-1}$, con lo que la presión de gas a la entrada de la muestra se incrementa hasta alcanzar el episodio de *breakthrough*.

Durante los ensayos se registraron: la presión de gas a la entrada (P_{gi}), la presión diferencial entre el gas a la entrada y el agua a la salida de la muestra ($P_{gi} - P_{wo}$), y los flujos volumétricos en condiciones estándar (STP) a la entrada del sistema de inyección y a la salida de la muestra.

Horseman y Harrington (1994) realizaron una descripción completa de la evolución del ensayo de inyección de gas (Figura 2.26), cuyos puntos principales se resumen a continuación.

- El crecimiento gradual de la presión de gas a la entrada de la muestra, sin un correspondiente flujo de gas a la salida, se interpreta como una compresión lenta e isoterma del gas contenido en el sistema de entrada. Esta compresión finaliza en un pico muy bien definido a una presión denominada como *breakthrough*, $P_b = (P_{gi} - P_{wo})_b$, (Figura 2.26a), que coincide aproximadamente con el comienzo del flujo de gas a la salida de la muestra (Figura 2.26b).
- Antes del pico inicial, en la curva de presión de entrada, una presión inferior a la de *breakthrough* marca la primera entrada de gas a la muestra. Esta presión de gas se denomina presión de entrada de gas, $P_g = (P_{gi} - P_{wo})_g$. Su detección resulta complicada en la práctica por la ínfima variación de los flujos de gas asociados.

- Tras el pico inicial, manteniendo la inyección inicial, la presión disminuye hacia un valor estacionario (Figura 2.26c), siguiendo un transitorio negativo bien definido y espontáneo, que mantiene un flujo de gas, constante en promedio. Al detener definitivamente la inyección, aparece un segundo transitorio negativo y la presión disminuye hacia su valor de equilibrio mecánico (el ya denominado “*shut-in*”, Figura 2.26d), con la caída del flujo a valores nulos.
- Al reiniciar la inyección, la presión sube hasta un pico secundario más amplio (Figura 2.26e), inferior en magnitud al primero, seguido de otro transitorio negativo espontáneo hasta alcanzar un nuevo valor estacionario de presión de gas (Figura 2.26f), que es considerablemente más alto que el anterior (Figura 2.26c). El flujo de gas se restablece durante el periodo de presurización antes de alcanzar el nuevo máximo de presión, siguiendo la evolución de las presiones de inyección. Finalmente, al detener de nuevo la inyección, la presión desciende de forma más rápida hasta una nueva presión de equilibrio (Figura 2.26g), cercana al valor previo (Figura 2.26d), y se produce un desplome del flujo.

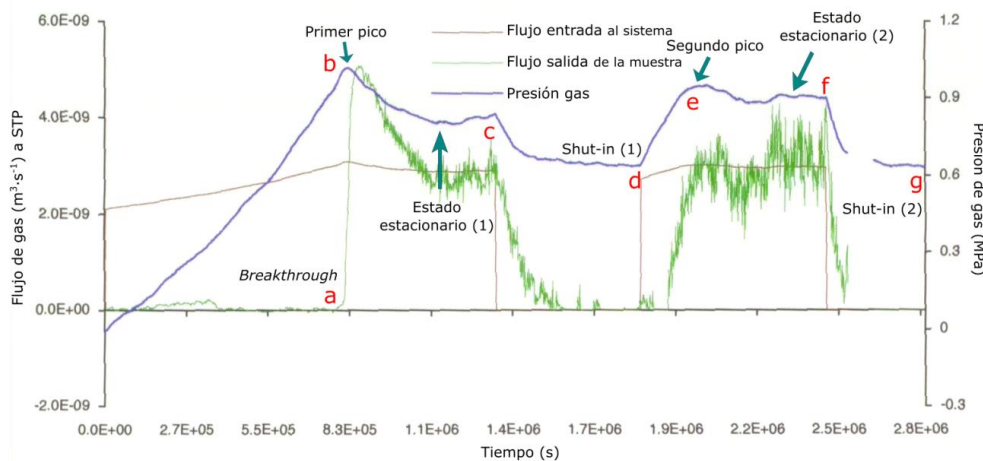


Figura 2.26. Ensayo de inyección de un flujo de gas en arcilla Boom. Presión de gas = diferencial de presión ($P_{gi} - P_{wo}$) y, flujos de gas volumétricos (STP) a la entrada del sistema de inyección y a la salida de la muestra (modificada de Horseman y Harrington, 1994).

Tras el primer episodio de *breakthrough*, la presión del segundo *breakthrough* siempre fue inferior, con flujos semejantes a los iniciales. Las presiones de *breakthrough* obtenidas para los flujos de gas perpendiculares y paralelos a la estratificación estuvieron comprendidas entre 1,29-1,93 y 0,47-1,01 MPa, respectivamente. A su vez, las permeabilidades intrínsecas calculadas, asumiendo que el flujo de gas ocurría a través de la totalidad del área de la sección de cada muestra, fueron superiores en la dirección paralela a la estratificación ($15,1-66,7 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$) que en la perpendicular ($8,5-24,5 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$). La saturación en agua de las muestras tras el ensayo, próximas al 100 %, sugirieron el desarrollo de un reducido número de trayectorias preferentes.

Los ensayos realizados por Horseman y Harrington (1994), con inyección constante de gas, mostraban una fuerte evidencia de que el gas se movía a través de la arcilla Boom de forma intermitente. Dichos autores explicaron dicho flujo intermitente en términos de propagación y colapso de las trayectorias de gas. Suponían que cuando una trayectoria discreta alcanzaba la salida de la muestra, su presión interna caía rápidamente mientras el gas se liberaba produciendo que algunas partes de la trayectoria, inherentemente inestables

(por ejemplo, planos de estratificación abiertos por el gas), colapsaran. Si la presión a la entrada de la muestra aumentaba lo suficiente, la trayectoria podía volverse a formar y propagarse hasta la salida de la muestra, conduciendo a un comportamiento fuertemente cíclico.

- Ensayos en laboratorio: tipo edométrico

Para evaluar el transporte de gas a través de la arcilla Boom, Volckaert *et al.* (1995) realizaron dos tipos de experimentos en celdas edométricas: (1) ensayos de permeabilidad relativa al gas y, (2) ensayos de *breakthrough*.

Para los **ensayos de permeabilidad relativa al gas** se prepararon muestras remodeladas con una densidad seca de $1,70 \text{ g/cm}^3$ (densidad seca de la arcilla Boom “*in situ*”) y diferentes grados de saturación (0-95 %). Dichas muestras se prepararon por compactación uniaxial a partir de la arcilla granular remodelada con su contenido en agua higroscópico, directamente en las celdas, para confinarlas lateralmente y evitar su hinchamiento. Los diferentes grados de saturación se consiguieron añadiendo agua a la muestra granular mediante los procedimientos descritos en Volckaert *et al.* (1995).

Durante el ensayo, la presión de inyección de gas (argón) se incrementó en una serie de pequeños escalones, mientras la salida estaba abierta a la atmósfera. Cada escalón de inyección se mantuvo durante al menos 2 días. El flujo de gas en la salida se midió mediante caudalímetros. La presión de inyección se aplicó en función del grado de saturación, siendo mayor para los grados de saturación más elevados.

Observaron que la permeabilidad relativa al gas disminuía conforme aumentaba el grado de saturación y que era prácticamente nula para un grado de saturación superior al 90 %. Su explicación era que a partir de este valor no existía una fase continua de gas a través de la muestra.

Los **ensayos de *breakthrough*** se realizaron en un equipo especialmente diseñado, compuesto por un edómetro al que se le conectaron dos sistemas de monitorización del flujo (Figura 2.27). En dichos experimentos la presión de *breakthrough* quedaba definida como la diferencia entre la presión de gas aplicada (P_{gi}) a la entrada de la muestra y la presión de agua (P_{wo}) a la salida de la muestra (mantenida a un valor constante).

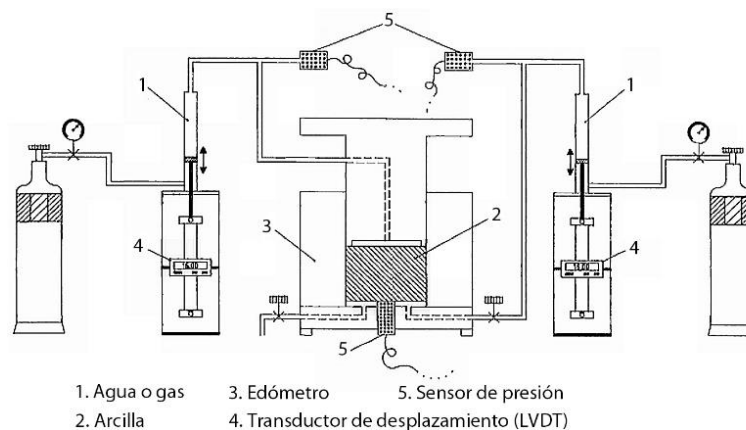


Figura 2.27. Equipo experimental utilizado en los ensayos de *breakthrough* en la arcilla Boom (modificada de Volckaert *et al.*, 1995).

Muestras inalteradas de la arcilla Boom se prepararon e introdujeron en la celda del edómetro. Las muestras se saturaron completamente antes de la inyección de gas para evacuar las posibles burbujas de aire del interior. La inyección de gas (helio) se realizó en escalones sucesivos hasta registrar un flujo de gas en salida, indicativo de que se había alcanzado la presión *breakthrough*. Además, en los ensayos con condiciones “*in situ*” (presión axial de 4,4 MPa), si no se registraba un flujo de gas, el experimento se daba por finalizado cuando la presión de inyección alcanzaba el valor de presión vertical aplicado (Volckaert *et al.*, 1995).

En los ensayos con la muestra confinada se obtuvo una buena relación [2.11] entre la permeabilidad al agua, k_w (m/s), y la presión de *breakthrough*, P_b (MPa), ajustándose muy bien a la relación empírica propuesta por Thomas *et al.* (1968) y confirmada posteriormente por Davies (1991) para diversos tipos de rocas consolidadas [2.19].

$$P_b = 4,71 \cdot 10^{-4} \cdot k_w^{-0,312} \quad (\text{Volckaert et al., 1995}) \quad [2.18]$$

$$P_b = 1,48 \cdot 10^{-4} \cdot k_w^{-0,346} \quad (\text{Davies, 1991}) \quad [2.19]$$

A su vez, las presiones de *breakthrough* halladas resultaron ser menores en la dirección paralela a los estratos que en la perpendicular (Tabla 2.5).

Tabla 2.5. Resultados de los ensayos de *breakthrough* de la arcilla Boom (modificada de Volckaert *et al.*, 1995).

Densidad seca (g/cm ³)	Orientación	Permeabilidad al agua (10 ⁻¹² m/s)	Presión <i>breakthrough</i> (MPa)	Flujo de gas (10 ⁻⁴ mL·min ⁻¹) STP
2,017	paralela	3,6	1,2	35
2,029	perpendicular	2,3	2	--
2,040	perpendicular	1,8	1,5	3400
2,038	perpendicular	3,4	2,2	7,1

En uno de los casos, realizaron tres ciclos sucesivos de saturación y *breakthrough*. Los valores de las presiones de *breakthrough* y las permeabilidades al agua fueron semejantes en cada ciclo, pero los flujos de gas registrados fueron decrecientes (Tabla 2.6). Los autores concluyeron que, una vez se produzca el *breakthrough* en un almacén, la presión no aumentará por encima de ese valor.

Tabla 2.6. Resultados de los ensayos de *breakthrough* de la arcilla Boom (modificada de Volckaert *et al.*, 1995).

	1 ^{er} ensayo	2 ^o ensayo	3 ^{er} ensayo
Permeabilidad al agua (m/s)	3,64·10 ⁻¹²	3,62·10 ⁻¹²	3,03·10 ⁻¹²
Presión <i>breakthrough</i> (MPa)	1,2	1,2	1,16
Flujo de gas (mL·min ⁻¹) a STP	67,6·10 ⁻⁴	33,6·10 ⁻⁴	13,9·10 ⁻⁴

- Ensayos “*in situ*”: laboratorio subterráneo HADES

Como parte del proyecto MEGAS, Volckaert y sus colaboradores del SCK/CEN (Volckaert *et al.*, 1995; Rodwell, 2000) también realizaron un cierto número de experimentos de inyección de gas en el laboratorio subterráneo HADES en Mol (Bélgica).

Se inyectó helio en piezómetros instalados en diferentes sondeos, mediante una serie de escalones de presión (Figura 2.28). Las trayectorias de flujo iban generalmente desde el filtro de inyección hasta uno de los filtros adyacentes de monitorización, saturado en agua, en cada agrupación de piezómetros. El gas también parecía moverse preferentemente a lo largo de la línea de las perforaciones.

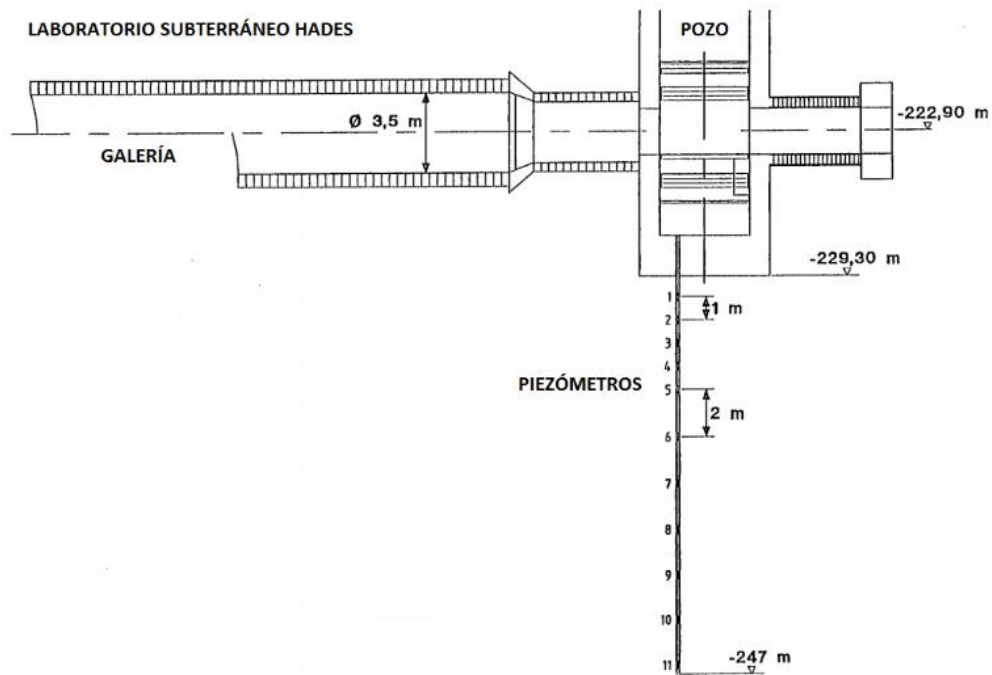


Figura 2.28. Localización “*in situ*” del conjunto de piezómetros instalados en el laboratorio subterráneo HADES excavado en la arcilla Boom (modificada de Volckaert *et al.*, 1995).

Las principales observaciones fueron que:

- (a) el paso de gas era relativamente rápido,
- (b) el flujo de gas producía una desaturación mínima, y
- (c) el flujo de gas se producía a lo largo de una o más trayectorias preferentes a través de la arcilla.

Estas observaciones están ampliamente en acuerdo con las conclusiones extraídas de los experimentos a escala de laboratorio y de las consideraciones teóricas.

Las presiones de *breakthrough* fueron mucho más bajas de lo esperado. Los efectos de escala proporcionan la explicación más sencilla para estos valores, pues la trayectoria recorrida desde la fuente al sumidero atravesará el material con menos resistencia al paso del gas. También, podrían deberse a un cambio en el estado de esfuerzos de la arcilla, debido a las obras de perforación (Volckaert *et al.*, 1995).

2.4.2.2. Experimentos con arcilla Opalinus

La arcilla Opalinus es una de las formaciones candidatas según el concepto de almacén suizo (Marschall *et al.*, 2005). El laboratorio subterráneo de Mont Terri, al noroeste de Suiza, está ubicado en esta formación, que está compuesta principalmente por minerales arcillosos (54-66 %), con una alta presencia de arcillas expansivas (interestratificados ilita/esmectita, 11-14 %). En el apartado 3.1 se describe con mayor detalle las características específicas de este material, objeto de estudio también en este trabajo.

- Ensayos en laboratorio: tipo triaxial.

Se llevaron a cabo ocho ensayos en celdas diseñadas para aplicar una presión confinante isotrópica a las muestras. Dichos experimentos se realizaron en dos centros diferentes: SCK-CEN (Bélgica) y British Geological Survey (BGS, Reino Unido).

Los ensayos realizados en el laboratorio del BGS siguieron una serie de fases: (1) fase de saturación, (2) fase inyección de un flujo de agua a velocidad constante, (3) fase de recuperación y, (4) fase en la que se aplican una serie de escalones de presión. El agua de saturación se preparó según la química del agua “*in situ*”. La inyección de gas se realizó en los sentidos perpendicular y paralelo a la estratificación de la arcilla Opalinus.

Las permeabilidades intrínsecas al agua en función del sentido de la estratificación se recogen en la Tabla 2.7. En los ensayos de permeabilidad al gas (helio), se aplicó la presión de inyección, de manera escalonada, hasta alcanzar un valor máximo de 20 MPa. El flujo de gas a la salida aumentaba conforme lo hacía la presión de inyección, siendo este comportamiento atribuido a una ligera desaturación de las muestras (S_r superior al 70%; Marschall *et al.*, 2005). Las presiones de entrada de gas estaban comprendidas en un rango entre 0,2 y 10 MPa siendo fuertemente dependientes de la permeabilidad intrínseca de la muestra (Tabla 2.7). Los ensayos realizados por SCK-CEN confirmaron estos resultados.

Tabla 2.7. Resultados de los ensayos de permeabilidad al agua y al gas en muestras de arcilla Opalinus (modificada de Marschall *et al.*, 2005).

Muestra	Periodo inyección (días)	Dirección flujo respecto a la estratificación	Permeabilidad intrínseca ^(a) (m ²)	Presión entrada gas (MPa)
OPA-1	140	90°	$k_p = 3 \cdot 6 \cdot 10^{-21}$ $k_n = 5 \cdot 7 \cdot 10^{-22}$	~4
OPA-2	120	0°	$3,0 \cdot 10^{-21}$	7,5-10
BFP 16	110	50°	$1,5 \cdot 10^{-20}$	0,5
BWS-E4 06	180	90°	$2,0 \cdot 10^{-20}$	0,2
BED-C5/7	174	35°	$2,0 \cdot 10^{-20}$	0,2

^(a) Permeabilidad intrínseca: k_p paralela estratificación y k_n perpendicular estratificación.

Más tarde, Senger *et al.* (2014) realizaron una serie de ensayos de inyección de gas en dirección perpendicular a los estratos. Su método consistía en la inyección muy rápida de gas, lo que provocaba episodios de *breakthrough* en menos de 10 min. Registraron flujos de gas estables con una presión de inyección de 12 MPa, bajo una presión confinante isotrópica de 15 MPa. La presión de entrada de aire, calculada a partir de la ecuación de van Genuchten, para esas muestras era 18 MPa (Romero *et al.*, 2012). Durante el transporte de

gas se producía una expansión del espacio poroso y un descenso en la presión efectiva asociada al incremento de la presión en los poros.

- Ensayos “*in situ*”: laboratorio subterráneo Mont Terri.

Durante las primeras etapas del programa de investigación en el laboratorio subterráneo de Mont Terri (1999-2004) se llevaron a cabo un conjunto de ensayos de inyección de agua y gas (nitrógeno) en pozos, con el fin de analizar su posterior recuperación (Marschall *et al.*, 2005). Para ello, se aisló un tramo del sondeo mediante un obturador neumático doble y se inyectó agua con la intención de obtener la permeabilidad al agua del tramo, entre otros parámetros hidráulicos (Figura 2.29a). Posteriormente, se sustituyó el agua por gas (Figura 2.29b), para realizar los ensayos de inyección de gas (Figura 2.29c), que podían realizarse en una única etapa aplicando un flujo de gas constante o a través de una serie de escalones de presión, dejando que el sistema se reequilibrara (Figura 2.29d).

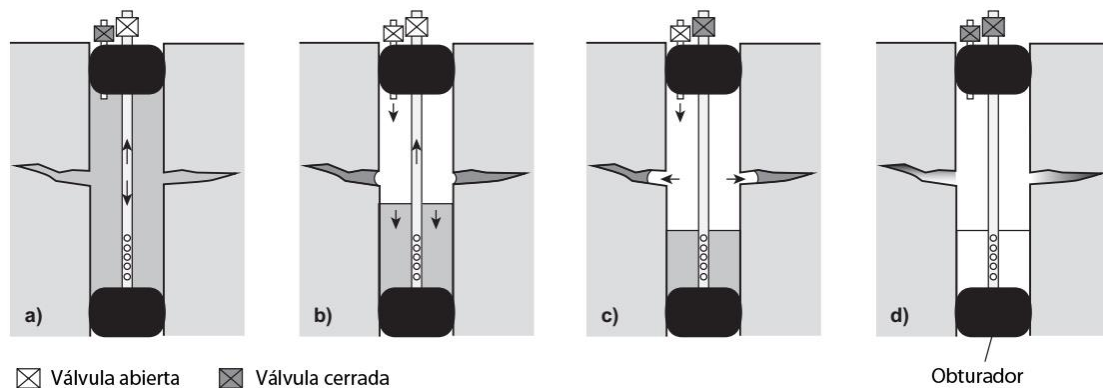


Figura 2.29. Ensayos de inyección de gas y agua en el interior de los pozos realizados en Mont Terri para el estudio de la arcilla Opalinus. a) Inyección agua, b) desplazamiento agua/gas, c) inyección gas y d) fase de recuperación (modificada de Marschall *et al.*, 2005).

Los principales objetivos perseguidos fueron: (1) la caracterización de la arcilla Opalinus mediante la determinación de los principales parámetros (presión de entrada de gas, permeabilidad intrínseca, flujo de gas, etc., Tabla 2.8), y (2) estudiar la capacidad de sellado de dicha arcilla.

Tabla 2.8. Resultados de los ensayos realizados “*in situ*” de permeabilidad al agua y gas en muestras de arcilla Opalinus (modificada de Marschall *et al.*, 2005).

Ensayo	Periodo inyección (horas)	Flujo de gas ($\text{m}^3 \text{m}^{-2} \text{s}^{-1}$) a STP	Permeabilidad intrínseca (m^2)	Presión entrada gas (MPa)
Mont Terri GS-2	~700	variable	$2\text{-}5 \cdot 10^{-20}$	~0,5
Mont Terri GP-4	~18	$7 \cdot 10^{-9}$	$2\text{-}6 \cdot 10^{-20}$	0,4-0,8
Mont Terri GP-6	~150	$2 \cdot 10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-20}$	~1,0

Se realizaron una serie de ensayos, en un conjunto de nuevos sondeos (2006-2012), cuyos principales resultados se describen a continuación (Jacops *et al.*, 2014).

- (1) La permeabilidad intrínseca obtenida con agua para la roca intacta es del orden de 10^{-20} m^2 . Este valor se duplica para una presión de inyección de 4,0 MPa, considerada como el umbral de presión para generar dilataciones.

- (2) Los ensayos de permeabilidad al gas muestran presiones de entrada de gas inferiores a 2 MPa, con permeabilidades intrínsecas asociadas del orden de 10^{-20} m^2 , consistentes con los valores de permeabilidad al agua.
- (3) El flujo de gas aumenta en más de un orden de magnitud (hasta un factor 20) cuando la presión de inyección excede los 2 MPa, indicando el inicio de la dilatación de las trayectorias.
- (4) Los fenómenos de dilatación de trayectorias, a grandes presiones de inyección de gas, se ajustan a un modelo de flujo bifásico clásico con acoplamiento hidromecánico.
- (5) Los parámetros asociados al flujo bifásico son consistentes con los parámetros de flujo monofásico (permeabilidad intrínseca y compresibilidad de poro), obtenidos con ensayos hidráulicos.

A partir de los experimentos realizados a escala de laboratorio e “*in situ*”, Marschall *et al.* (2005), Romero *et al.* (2012), Jacobs *et al.* (2014) y Senger *et al.* (2014) concluyeron que el transporte de gas a través de la arcilla Opalinus estaba acompañado de un desplazamiento del agua intersticial.

Cuando la presión de gas es inferior al mínimo esfuerzo principal que actúa sobre la roca, se puede aplicar el concepto de flujo bifásico (fases inmiscibles) en medios porosos. Cuando la presión de gas se aproxima al esfuerzo total que actúa en la formación, se evidenciaron mecanismos de transporte de gas mediante dilatación de trayectorias.

El flujo de gas se encuentra controlado por el estado de esfuerzos de la roca, mediante la dilatación y propagación de trayectorias, favorecidos por la variabilidad mineralógica y la heterogeneidad microestructural.

2.4.2.3. Experimentos con arcilla Callavo-Oxfordiense

La roca arcillosa Callavo-Oxfordiense (en adelante COx) es la roca almacén propuesta según el concepto francés. El laboratorio subterráneo en Bure, situado en la cuenca de París, está excavado en este material.

En la arcilla COx se realizaron una serie de experimentos de laboratorio e “*in situ*”, llevados a cabo por el British Geological Survey (BGS) y la agencia francesa de gestión de residuos ANDRA, respectivamente.

- Ensayos en laboratorio: tipo triaxial.

Los dos equipos utilizados por el grupo del BGS fueron los mismos que habían empleado en el estudio de la bentonita MX-80 (Harrington *et al.*, 2012), ya descritos en el apartado 2.4.1.3 (Figura 2.18 y Figura 2.19). Las muestras analizadas eran muestras inalteradas procedentes del laboratorio subterráneo de Bure, con diámetro y altura próximos a 5,0 cm, una humedad media de 6,4 % y una densidad seca media de $2,29 \text{ g/cm}^3$. Los valores de permeabilidad al agua fueron del orden de 10^{-21} m^2 .

Para la determinación de la permeabilidad al gas, se aumentó progresivamente la presión de inyección, desde 6,5 a 12,0 MPa, mediante un flujo escalonado durante un periodo de 600 días. De los resultados se deduce (1) un comportamiento dinámico en el flujo de gas, con cambios espontáneos en las magnitudes del flujo y de la presión, (2) que indica una variación temporal en la propagación de trayectorias a través de la muestra. La mayor presión de inyección fue de 10,0 MPa y las presiones de *breakthrough* entre 2,0 y 6,0 MPa. La permeabilidad al gas dependerá del número y tamaño de las trayectorias existentes en un momento dado.

Más adelante, Cuss *et al.* (2015) diseñaron un nuevo equipo triaxial (Figura 2.30), que simulase las condiciones “*in situ*” del laboratorio subterráneo y que permitiese un registro más preciso de los cambios volumétricos de la muestra, fundamentalmente, en el momento en el que se produce la entrada de gas. Las muestras estudiadas presentaban características semejantes a las de estudios previos (Harrington *et al.*, 2012).

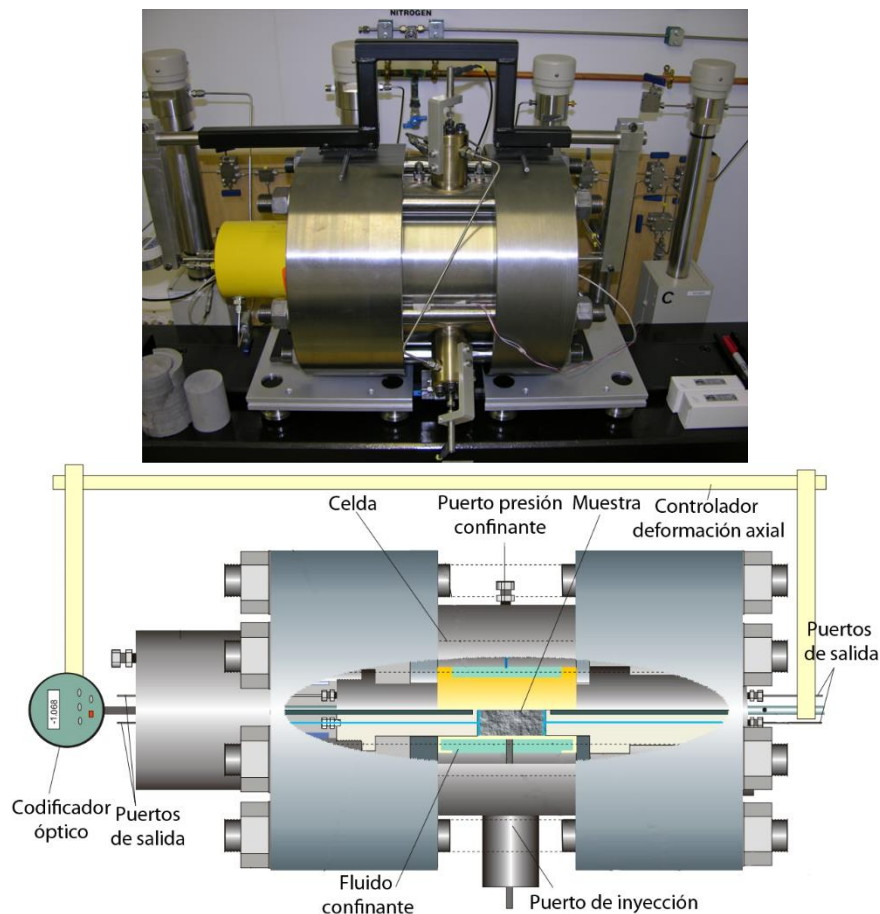


Figura 2.30. Equipo triaxial diseñado para evaluar el transporte de gas en muestras de la roca arcillosa COx (modificada de Cuss *et al.*, 2015).

Hasta alcanzar la presión de inyección que inicie el flujo de gas a través de la muestra, el aumento de presión se realizó con tasas constantes de cambio de volumen: (1) bien en varias etapas, de forma escalonada, alcanzando sucesivos valores de presión, (2) bien en una única etapa. Al comienzo del ensayo, la muestra se sometió a unas condiciones de esfuerzo semejantes a las “*in situ*” en Bure (presión confinante 12,5 MPa, esfuerzo axial 13,0 MPa y presión de poro 4,5 MPa). Antes de comenzar la inyección de gas, las muestras se saturaban durante 47 días.

Se observaron deformaciones volumétricas desde la entrada inicial de gas en la muestra. La posible interpretación que realizaron se corresponde con las observaciones previas (Horseman y Harrington, 1994; Harrington *et al.*, 1999; Horseman *et al.*, 1999; Harrington y Horseman, 2003; Harrington *et al.*, 2012). Las etapas definidas en la misma fueron: (a) tras alcanzar la presión de entrada de gas, este se introduce en la muestra a través de trayectorias que describen un patrón dendrítico (Figura 2.31a); (b) el avance de las trayectorias da como resultado una expansión radial significativa de la muestra (Figura 2.31b), en las zonas afectadas; y, (c) finalmente se registra un flujo de gas a la salida de la muestra, que continúa deformándose (Figura 2.31c), indicando que aumenta bien el número de trayectorias, bien su sección.

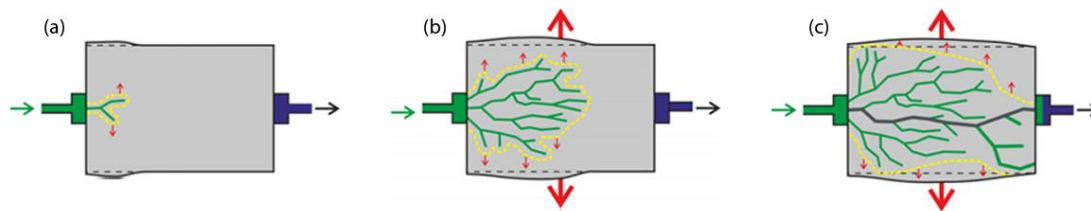


Figura 2.31. Interpretación del transporte de gas en COx: (a) gas comienza a entrar en la muestra causando una ligera deformación; (b) propagación de trayectorias mediante un patrón dendrítico con una expansión significativa de la muestra en la zona donde se localizan dichas trayectorias y; (c) gas alcanza el extremo de salida de la muestra mientras continua la expansión (tomada de Cuss *et al.*, 2015).

En todas las fases, la dilatación de las trayectorias produciría una compresión de la fábrica que puede inducir la expulsión de agua intersticial a lo largo de las mismas. Por lo tanto, la deformación observada mostraba principalmente un comportamiento hidromecánico.

- Ensayos “*in situ*”: laboratorio subterráneo Bure

Los objetivos perseguidos por los ensayos realizados en el laboratorio subterráneo de Bure fueron la caracterización del transporte de gas en la formación y dar soporte experimental a la propuesta de dilatación de trayectorias.

Los experimentos (Harrington *et al.*, 2012) se realizaron en tres pozos equipados con un sistema de obturadores que permiten el registro de la presión de fluido durante los ensayos de permeabilidad al agua y gas (nitrógeno). Los valores de permeabilidad al agua estaban en un rango comprendido entre $2,6 \cdot 10^{-13}$ y $6,4 \cdot 10^{-11}$ m/s. La máxima presión de gas aplicada fue de 9,1 MPa, inferior al esfuerzo principal local próximo a 12,3 MPa.

Los resultados combinados de ambas escalas mostraban que el transporte de gas se producía a través de una red de caminos localizados, que variaban temporal y espacialmente dentro del material. En laboratorio, se observaron evidencias de que los caminos por los que se transportaba el gas eran altamente inestables, variando su apertura y geometría en función de los esfuerzos locales y de las presiones de gas y agua (Harrington y Horseman, 1999). Las variaciones entre las presiones de entrada de gas y *breakthrough* mostraban heterogeneidad microestructural, que ejercía un importante control sobre el movimiento del gas. En los ensayos “*in situ*”, el flujo de gas se localizaba inicialmente en la zona de excavación, la cual actuaba como caminos preferenciales del transporte de gas. Del conjunto de observaciones, en laboratorio e “*in situ*”, dedujeron que los modelos de flujo bifásico al uso no eran adecuados para describirlas correctamente.

2.4.3. Ensayos en interfases

Como se ha mostrado en las secciones anteriores, durante las dos últimas décadas los trabajos se han centrado en el estudio de los posibles tipos de rocas encajante además de materiales de sellado como bentonita, cemento, etc. (Metcalf *et al.*, 2008 y Norris, 2010). Sin embargo, existe un escaso conocimiento sobre las interfases entre dichos materiales, como por ejemplo, el contacto entre la roca encajante y el material de sellado (Popp, 2009) o la interfase entre los bloques del material de sellado (bentonita). Aunque se asuma que las juntas entre bloques se sellarán tras la completa saturación de la bentonita, es necesario determinar si esas interfases serán trayectorias preferentes al paso de gas.

Horseman *et al.* (1999) compararon muestras compactadas y saturadas de bentonita MX-80, con y sin junta, sin observar diferencias en las propiedades de transporte de gas entre ambas.

Popp *et al.* (2014) realizaron la caracterización hidromecánica de: (1) bloques de bentonita prefabricados, (2) uniones entre bloques de bentonita y (3) el contacto entre bloques de bentonita y granito. Los bloques de bentonita fueron compactados entre 40 y 50 MPa, a partir de una mezcla de bentonita/arena (60:40). La densidad seca obtenida fue de aproximadamente 1,89 g/cm³.

La metodología consistió, en primer lugar, en ensayos de inyección de agua y gas en un equipo edométrico especialmente diseñado, que controlaba la saturación a unas condiciones de esfuerzo concretas y el flujo de gas bajo diferentes esfuerzos axiales. La inyección de gas la realizaban en escalones, aumentando la presión hasta producir el *breakthrough*, indicado por un flujo estable de gas a la entrada y salida de la muestra. Además, realizaron ensayos de corte directo con el fin de cuantificar las propiedades mecánicas de muestras secas y saturadas, con o sin interfase.

Al medir la permeabilidad inicial en muestras secas, aquellas con junta mostraban permeabilidades 4 órdenes de magnitud superiores a las que no presentaban junta. Al incrementar la presión confinante de 5 a 10 MPa, la permeabilidad disminuyó dos órdenes de magnitud en las muestras con junta, pero no tuvo tanto efecto en las sin junta (Figura 2.32). Sin embargo, las interfases, una vez saturadas las muestras, no suponían una zona de debilidad tal y como demostraban los ensayos de permeabilidad al agua e inyección de gas (con un comportamiento semejante entre ambos tipos de muestras) y los ensayos de corte directo (sin diferencias apreciables en los valores de cohesión). Por lo tanto, las interfases entre bloques no parecía que actuaran como caminos preferentes una vez saturados.

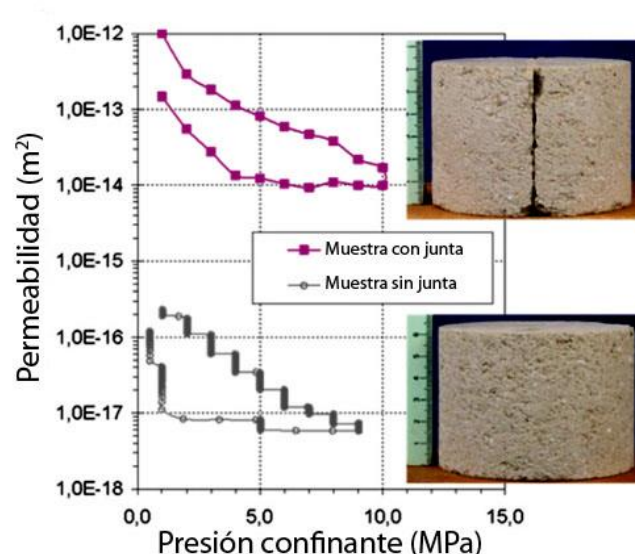


Figura 2.32. Permeabilidad (m^2) frente a la presión confinante de dos muestras con y sin junta (modificada de Popp et al., 2014).

Las presiones de *breakthrough* en muestras sometidas a carga fueron entre 2,9 y 7,5 MPa, superiores al esfuerzo axial aplicado (entre 2 y 4 MPa), y resultaron en un flujo estacionario sin efecto claro sobre el esfuerzo total medido, por lo que probablemente el transporte de gas sucedió a través de caminos discretos y localizados. Las presiones de *breakthrough* en condiciones de volumen constante fueron superiores a la suma de la presión de hinchamiento y la presión de agua de poro externa aplicada.

El *breakthrough* en las muestras con interfase bentonita/granito sucedió a una presión inferior al esfuerzo axial aplicado.

2.4.4. Resumen

Si la tasa de producción de un gas en un almacenamiento geológico profundo, posterior a la clausura del mismo y a su resaturación, es tal que los mecanismos de advección y difusión son incapaces de transportar las moléculas de gas lejos de la fuente como una fase en solución, entonces se superará el límite de solubilidad del gas y se formará una fase gaseosa diferenciada (Wikramaratna *et al.*, 1993; Gallé, 2000; Ortiz *et al.*, 2002; Weetjens y Sillen, 2006). El conjunto de procesos de transporte de gas a través de las barreras de ingeniería y naturales una vez saturadas, pueden subdividirse en las siguientes etapas (Gens, 2000; Norris, 2010; Tabla 2.9; Figura 2.33):

Tabla 2.9. Resumen de las diferentes etapas en la migración de gas.

Etapa		Descripción	Migración gas
I		El gas puede disolverse en la fase líquida.	Transporte difusivo del gas disuelto
II		Formación de una fase gaseosa libre en forma de burbujas aisladas.	Transporte difusivo del gas disuelto
III		Continúa generación de gas y se forma fase gaseosa continua. Desaturación parcial de la barrera.	Flujo bifásico (<i>transporte advectivo de la fase gaseosa</i>)
IV	Hipótesis 1	Comportamiento cíclico: apertura y cierre trayectorias.	Transporte gas a través trayectorias discretas
	Hipótesis 2	Creación trayectorias: aumento permeabilidad.	Flujo bifásico (<i>sujeto a las deformaciones del medio poroso</i>)

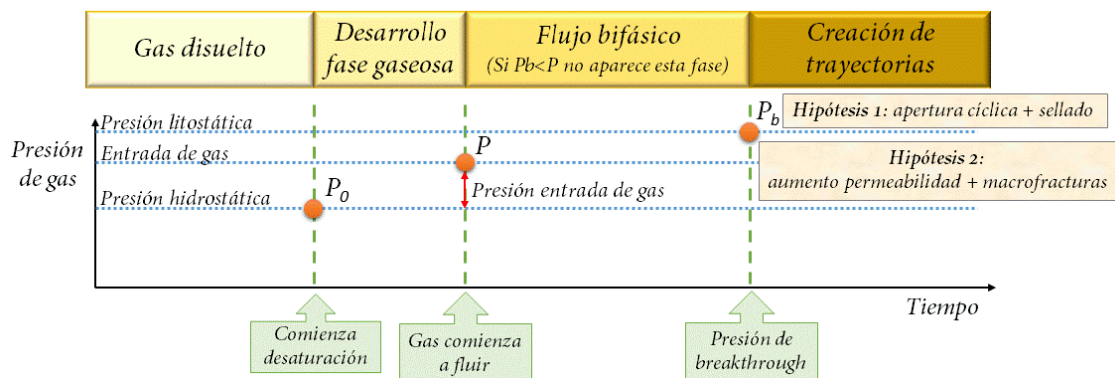


Figura 2.33. Etapas en el proceso de transporte de gas (modificada de Mallants y Jacques, 2004).

Etapas I. La cantidad de gas generado inicialmente es todavía pequeña, siendo posible su disolución y transporte en la fase líquida mediante un proceso difusivo a través de la barrera bentonítica y la roca encajante.

Transporte de gas disuelto en una fase líquida:

- (a) se produce desde la primera presencia de gas,
- (b) la evacuación de gas tiene una capacidad limitada y,

- (c) se modeliza mediante un adecuado conocimiento de las condiciones de contorno y apropiados coeficientes de difusión y solubilidad del gas.

Etapla II. Cuando la cantidad de gas generado supera la capacidad de disolución y transporte por difusión en dicha fase líquida (Ley de Henry), pasa a formarse una fase gaseosa independiente en forma de burbujas aisladas. En este punto, comienza a desarrollarse una presión de gas cada más elevada en la interfase contenedor-barrera.

Mientras la presión de gas permanezca por debajo de los esfuerzos locales (debidos a la presión litostática de la roca encajante y a la presión hidrostática), o la presión de entrada de gas, la producción de gas no conllevará riesgo alguno en la funcionalidad del almacén.

Etapla III. Prosigue la generación de gas y comienza a formarse una fase gaseosa continua. Durante la generación de gas se produce la desaturación parcial de la barrera de ingeniería, y posteriormente, de la roca encajante, que posibilitaría un flujo bifásico. Por lo tanto, el gas comienza a evacuarse mediante un flujo advectivo de la fase gaseosa mientras el agua de dichas formaciones es expulsada. El transporte de gas como fase independiente a través de la porosidad existente (modelo de flujo bifásico) tiene una serie de características que se citan a continuación.

- (a) Depende básicamente de la estructura porosa del material.
- (b) Hay un valor de presión umbral o también denominada presión de entrada de gas (P_g), que es necesario superar para que pueda iniciarse el flujo bifásico. Normalmente esa presión se corresponde con la presión capilar (P_c) aunque, a veces, los procesos involucrados son más complejos que el simple modelo de flujo capilar.
- (c) El flujo de gas está localizado (espacialmente restringido) preferentemente a lo largo de los contactos entre los diferentes materiales. Estos contactos se producen a escala de poro en materiales heterogéneos y, a mayor escala, cuando hay una alta variabilidad litológica.
- (d) La cantidad de agua desplazada depende del grado en el que el flujo de gas se encuentre localizado (flujos muy localizados desplazarán menor cantidad de agua).
- (e) Es un mecanismo que se da con mayor frecuencia en materiales que presentan permeabilidades elevadas como consecuencia de su estructura porosa.
- (f) Si ocurre en materiales con baja permeabilidad, la dificultad que tiene el gas para desplazar el agua presente en los poros hace necesarias observaciones experimentales de mayor duración.

Etapla IV. Si la presión de gas continúa aumentando, sin generar un flujo bifásico, hasta superar el equilibrio mecánico natural del material, crea trayectorias de paso. El transporte de gas como fase independiente mediante creación de trayectorias responde a las características enumeradas a continuación.

- (a) Se encuentra controlado básicamente por el tensor de esfuerzos del material.

- (b) Existe una presión umbral, denominada presión de *breakthrough* (P_b), que es necesaria superar para que tenga lugar el proceso de transporte que depende principalmente del estado de esfuerzos.
- (c) La localización del flujo de gas es prácticamente independiente de la estructura porosa, relacionándose con zonas mecánicamente débiles.
- (d) La cantidad de agua desplazada es insignificante.
- (e) Este proceso predomina en materiales de bajas permeabilidades, a causa su estructura porosa final donde P_b es menor que P_g (presión entrada gas).
- (f) Su modelización es compleja con modelos convencionales de flujo bifásico.

Existen dos hipótesis que pretenden explicar la manera en la que se forman las trayectorias de paso de gas en función de cómo la presión de gas afecta el equilibrio mecánico del material considerado, material consolidado o roca:

Hipótesis 1. Si la presión de gas aumenta hasta que locamente supera el esfuerzo principal menor del campo de esfuerzos total, se crearán vías preferenciales de paso perpendiculares a dicha componente, liberando gas de forma súbita (*breakthrough*). Como consecuencia, la presión de gas disminuirá rápidamente y, debido a la capacidad de sellado de los materiales arcillosos, los caminos previamente abiertos se cerrarán localmente y la cantidad de gas remanente que quede en el interior de la muestra se equilibrará con el medio con el paso del tiempo. Si la presión de gas aumenta de nuevo hasta alcanzar otro *breakthrough* (P_b), el proceso anterior se repite. Este comportamiento cíclico de apertura y cierre de trayectorias tendrá lugar mientras la producción de gas sea suficiente para producir los sucesivos episodios de *breakthrough*; en caso contrario, el resto del gas se irá liberando por otros procesos (Mallants y Jacques, 2004). Este mecanismo no desplaza agua y la apertura de estas trayectorias no modifica mucho la porosidad.

Hipótesis 2. Si un exceso de presión de gas se aplica durante un largo periodo de tiempo, se crean microfracturas a presiones inferiores al esfuerzo principal menor, que acabarían causando fracturación macroscópica. Estas microfracturas producen un aumento en la porosidad y, consecuentemente, un incremento en la permeabilidad intrínseca. También producen cambios en la relación entre la presión capilar y el grado de saturación de la muestra. Al tratarse de un proceso lento, es posible aplicar modelos de flujo bifásico a estos materiales porosos no saturados, teniendo en cuenta que las citadas propiedades (permeabilidad, presión capilar, grado de saturación) no permanecen invariables, pues dependen de la deformación del medio poroso.

Cuando el efecto combinado del desplazamiento de agua de poro y la formación de microfracturas no es suficiente para disipar la presión, se formarán y propagarán fracturas macroscópicas mientras la presión de gas sea superior al esfuerzo mínimo principal (Marschall *et al.*, 2005; NAGRA, 2008).

En **materiales saturados** con presiones de entrada gas muy elevadas, donde la presión de *breakthrough* es superior al equilibrio mecánico natural del material (por ejemplo, en la mayoría de los materiales bentoníticos), se pasa directamente de la **Etapa II** a la **IV**. Sin

embargo, en otros materiales como en las rocas arcillosas, consolidadas y estratificadas (por ejemplo, Opalinus), podrían darse todo el conjunto de etapas.

También existe la posibilidad de que las **Etapas II y IV** parezcan muy semejantes entre sí en observaciones a escala macroscópica o incluso pueden suceder de manera conjunta. Alguno de los ejemplos en los que ambas etapas puedan suceder conjuntamente: (1) el transporte de gas a través de los poros por efecto de un gradiente de presión sucede por el mecanismo descrito en la Etapa II (modelo de flujo bifásico), pero comparte procesos mecánicos con la Etapa IV. (2) La migración del a gas a través de vías preferenciales asociadas con la dilatación de trayectorias puede tratarse también de un caso intermedio entre las Etapas II y IV y, por último, (3) el transporte de gas de rocas arcillosas puede suceder a través de macroporos asociados a la creación de trayectorias.

Los principales fenómenos observados en **muestras saturadas** se citan a continuación.

- (1) La existencia de una presión umbral (también denominada presión de *breakthrough* o presión crítica) para el paso de gas, postulada por Pusch (1983), Pusch *et al.* (1985) y Horseman *et al.* (1999), y posteriormente por Tanai *et al.* (1997) y Gallé y Tanai (1998).
- (2) La correlación entre la presión de *breakthrough* y presión de hinchamiento no está clara. Algunos autores (Pusch *et al.*, 1985) determinaron presiones de *breakthrough* menores que la presión de hinchamiento, mientras otros (Horseman *et al.*, 1999; Harrington y Horseman, 2003) observaron lo contrario.
- (3) El transporte de gas tiene lugar, para todos los autores, a través de una pequeña fracción de la porosidad del material, lo que no llega a desaturar la muestra.
- (4) La presión de *breakthrough* es mayor que la de hinchamiento, se crean trayectorias a través de la muestra, de carácter discontinuo e inestable.
- (5) Tras el episodio de *breakthrough*, la presión de gas cae hasta un valor constante ("*shut-in*") que podría estar asociado al cierre mecánico de las trayectorias o a la presión capilar.
- (6) En muestras de menor densidad, la aplicación de menos escalones durante tiempos mayores supone que el flujo de gas se establece a presiones ligeramente superiores a la presión de cola fijada (Hume, 1999; Graham *et al.*, 2002).

La modelización del transporte de una fase gaseosa continua en **materiales no saturados** no presenta dificultades mayores, pues se describe por la fase gaseosa de un modelo de flujo bifásico. Sin embargo, los resultados de los modelos muestran que no es apropiado para materiales saturados, como los que constituyen las barreras de ingeniería (Horseman *et al.*, 1996; Harrington y Horseman, 1999; Harrington *et al.*, 2012). La implementación de modelos de flujo que incluyen la dilatación de trayectorias permite aproximar los resultados de los modelos a las observaciones realizadas en dichos materiales (Horseman y Harrington, 1994; Harrington y Horseman, 1999; Ortiz *et al.*, 2002; Gallé y Tanai, 1998).

Capítulo 3. Materiales

En el siguiente capítulo se incluye una descripción de los materiales objeto de estudio y los utilizados durante la experimentación.

En el conjunto de ensayos realizados en este trabajo se han utilizado dos tipos de bentonitas, la **bentonita FEBEX** y la **bentonita MX-80** (apartado 3.1). La primera de ellas corresponde al material de sellado escogido según el concepto español y la segunda según los conceptos sueco, finlandés, suizo y francés.

También se ha analizado el transporte de gas en materiales de barrera como en la **arcilla Opalinus** (apartado 3.2), candidata a roca encajante según el concepto suizo.

3.1. Bentonitas FEBEX y MX-80

La **bentonita FEBEX** procede del yacimiento Cortijo de Archidona en Almería y es una partida extraída en 1994. El material natural fue disgregado y molido, secado al aire y en horno (<60 °C) hasta conseguir una humedad próxima al 14 %. Posteriormente fue tamizado a través de una malla de 5 mm (Figura 3.1, izquierda). Las propiedades físico-químicas, termo-hidro-mecánicas y características geoquímicas de la bentonita FEBEX fueron obtenidas durante los proyectos FEBEX I y II y se encuentran resumidas en ENRESA 2000, 2006.

Esta bentonita, generada a partir de la alteración de materiales volcánicos, presenta una concentración en esmectitas mayor del 90 % en peso (92±3 %) y contiene otros minerales como cuarzo (2±1 %), plagioclasas sódicas y cálcicas (3±1 %), feldespato potásico (trazas), ópalo-CT (cristobalita-tridimita, 2±1 %) y calcita (1±0,5 %), además de trazas de cloruros (halita) y sulfatos (yeso). Los minerales esmectíticos están compuestos de interestratificados de esmectita e illita, siendo de naturaleza illítica el 10-15 % de las capas (ENRESA, 2006).

La superficie específica total es de 725 m²/g (Tabla 3.1). La capacidad de intercambio catiónico se encuentra entre 96 y 102 meq/100 g y los principales cationes intercambiables son el calcio (42±3 meq/100 g), magnesio (32±2 meq/100 g), sodio (25±2 meq/100 g) y potasio (2,5±0,3 meq/100 g). El límite líquido y plástico de la bentonita son 102 y 53 %, respectivamente. La humedad higroscópica en equilibrio con la atmósfera de laboratorio del CIEMAT es de 13,7±1,3 %. El peso específico o densidad de las partículas sólidas es de 2,70±0,04 g/cm³, de las cuales el 67±3 % de las partículas son menores de 2 µm (Villar *et al.*, 2005a).

La presión de hinchamiento (P_s) de la bentonita compactada con una densidad seca (ρ_d) de, por ejemplo, 1,60 g/cm³ con su humedad higroscópica está en torno a 6 MPa [3.1] y la conductividad hidráulica para esa misma densidad seca es de un orden de magnitud de 10⁻¹⁴ m/s [3.2] (Villar, 2000, 2002). En concreto, las relaciones empíricas entre estas presiones y la densidad seca se expresan en las ecuaciones 3.1 y 3.2 (Villar, 2000).

$$\ln P_s = 6,77 \cdot \rho_d - 9,07 \quad (r^2 = 0,88) \quad [3.1]$$

$$\log k_w = -2,9586 \cdot \rho_d - 8,5751 \quad [3.2]$$

La **bentonita MX-80** procede de Wyoming (USA) y fue suministrado en forma de polvo (Müller-Vonmoss y Kahr, 1983; Madsen, 1998; Karnland *et al.*, 2006; Kiviranta y Kumpulainen, 2011, Figura 3.1, derecha). El lote de bentonita MX-80 utilizado en los ensayos de este trabajo está compuesto principalmente por montmorillonita (82-92 %), conteniendo también cantidades menores de feldespatos (5-8 %), cristobalita (1-2 %) y cuarzo (1-4 %) y, pequeñas cantidades de calcita, yeso, dolomita, halita y piritita. Las fases esmectíticas están compuestas principalmente de interestratificados de esmectita-illita con un 6-7 % de capas de illita.

La superficie específica total es de 100 m²/g (Karnland, 2010, Tabla 3.1). La capacidad de intercambio catiónico es de 65 meq/100 g y los cationes de intercambio más abundantes son el sodio (61 meq/100 g), calcio (10 meq/100 g) y magnesio (3 meq/100 g).

La fracción menor de 2 µm corresponde a un 80-90 % del total. El límite líquido y plástico son de 526 y 46 %, respectivamente. La humedad higroscópica de este lote de bentonita en las condiciones de laboratorio del CIEMAT está en torno al 11,0 %. El peso específico determinado en trabajos previos es de 2,72 g/cm³ (Gómez-Espina y Villar, 2013).

La presión de hinchamiento de la bentonita compactada con una densidad seca de 1,70 g/cm³ con su humedad higroscópica está en torno a 13 MPa y la conductividad hidráulica para esa misma densidad seca es de un orden de magnitud de 10⁻¹⁴ m/s (Villar, 2005b).

Tabla 3.1. Principales propiedades físico-químicas e hidráulicas de las bentonitas FEBEX y MX-80.

Bentonita	Superficie específica (m ² /g)	CIC (meq/100 g)			Límite líquido/plástico (%)	Humedad higroscópica (%)	Peso específico (g/cm ³)	Presión hinchamiento ^(a) (MPa)	Conductividad hidráulica ^(a) (m/s)
		Ca ²⁺	Mg ²⁺	Na ⁺					
FEBEX	725	102			102 / 53	14,0	2,70	6	10 ⁻¹⁴
		35	31	27					
MX-80	100	65			526 / 46	11,0	2,72	13	10 ⁻¹⁴
		10	3	61					

^(a) A una densidad seca de 1,60 y 1,70 g/cm³ para la bentonita FEBEX y MX-80, respectivamente.



Figura 3.1. Aspecto granular de las bentonitas FEBEX (izquierda) y MX-80 (derecha) antes de su compactación.

Las curvas granulométricas obtenidas por tamizado en seco muestran el máximo diámetro de partícula hallado de 5 y 1 mm para FEBEX y MX-80, respectivamente (Figura 3.2).

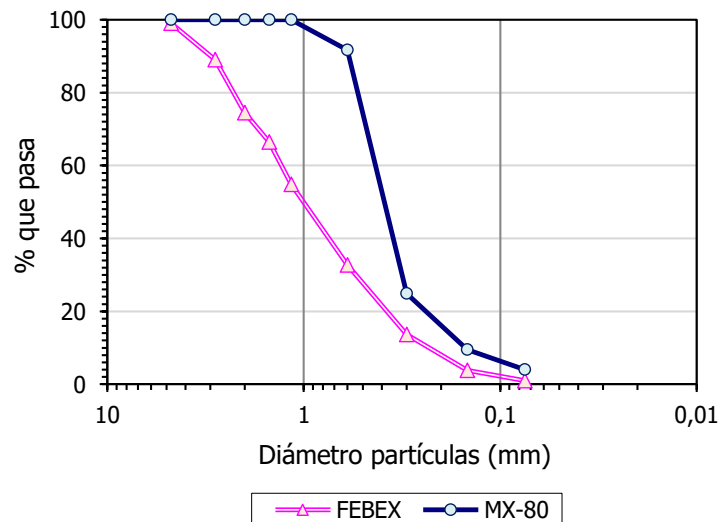


Figura 3.2. Curvas granulométricas de las bentonitas FEBEX y MX-80 (Gutiérrez-Rodrigo *et al.*, 2014a).

Como se ha comentado previamente, las arcillas pueden desarrollar tres tipos de porosidad: interlaminar, intra-agregado e inter-agregado. Las clasificaciones basadas en los tamaños de poro consideran que los poros $<0,002\ \mu\text{m}$ son microporos y el límite entre la meso y macroporosidad se fija en $0,05\ \mu\text{m}$ (50 nm). La porosidad de las muestras compactadas de ambas arcillas se ha analizado mediante porosimetría por intrusión de mercurio (MIP).

En la muestra de bentonita FEBEX analizada con una densidad seca de $1,60\ \text{g/cm}^3$, con su humedad higroscópica, se observa una distribución de tamaños de poro bimodal. Sin embargo, la muestra de densidad seca menor ($1,40\ \text{g/cm}^3$), con una estructura porosa más abierta, desarrolla una segunda familia en el rango de la macroporosidad (Figura 3.3).

El tamaño de poro predominante en la región de la mesoporosidad es de 10 nm y el mayor tamaño de poro analizado depende de la densidad seca de la muestra variando desde 40 a $10\ \mu\text{m}$ para densidades secas de $1,40$ y $1,60\ \text{g/cm}^3$, respectivamente (Tabla 3.2). El límite entre ambas familias de tamaños de poros se sitúa alrededor de un diámetro de 150-200 nm y los poros menores a ese valor no parecen verse afectados por el cambio de densidad seca de las muestras. Las muestras difieren notablemente a partir de los diámetros de poro superiores a $4\ \mu\text{m}$. La distribución bimodal de la bentonita FEBEX es un hecho bien conocido desde que se comenzó a caracterizar dicho material (Lloret *et al.*, 2004). El porcentaje de poro $<7\ \text{nm}$ mostrado en la Tabla 3.2 se ha obtenido por comparación entre el índice de poros medido macroscópicamente y el estimado por MIP.

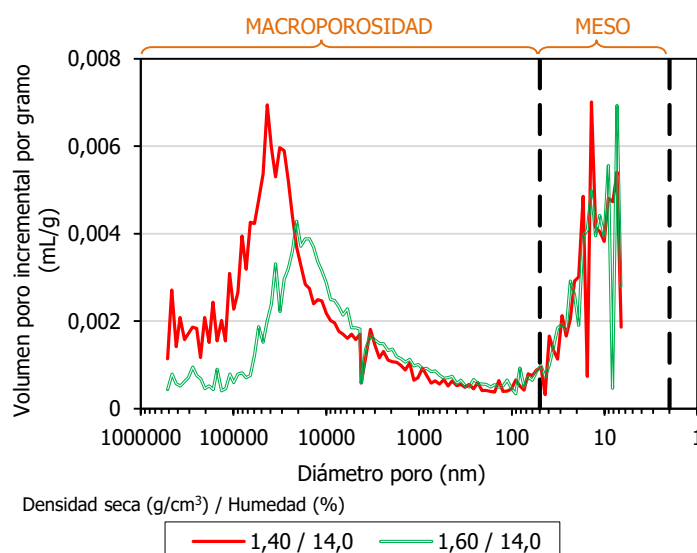


Figura 3.3. Distribución del diámetro de poro de dos muestras de bentonita FEBEX en función de su densidad seca obtenido por MIP.

Tabla 3.2. Resultados de las porosimetrías por intrusión de mercurio realizadas en dos muestras de bentonita FEBEX representativas.

Referencia	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)
1H14D15	1,40	14,1	49	43387	17	14	34
1H14D17	1,59	14,1	46	20863	23	7	32

(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

En las muestras de bentonita MX-80 analizadas tras su compactación con densidades secas de 1,50 y 1,70 g/cm³, con su humedad higroscópica, se aprecian tres familias principales de poros: una perteneciente al rango de la meso y dos en el rango de la macroporosidad; estando la de mayor tamaño relacionada con los tamaños del medio granular inicial, y presentando un efecto de entrada de aire a presión prácticamente nula (Figura 3.4).

El tamaño de poro predominante en la región de la mesoporosidad es de 19 nm y la región de la macroporosidad varía entre 11 a 7 μ m para densidades secas de 1,50 y 1,70 g/cm³, respectivamente (Tabla 3.3). El límite entre ambas familias de tamaños de poros se sitúa alrededor de un diámetro de 100-300 nm y los poros menores a ese valor no parecen verse afectados por el cambio de densidad seca de las muestras. Las muestras difieren notablemente a partir de los diámetros de poro superiores a 4 μ m.

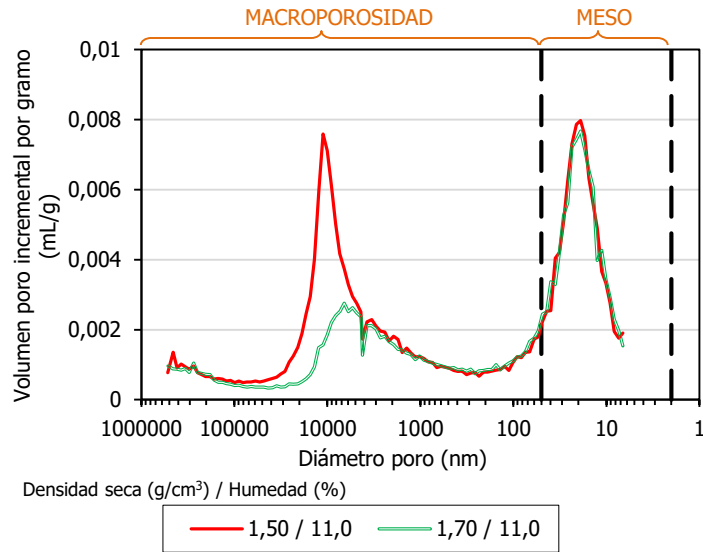


Figura 3.4. Distribución del diámetro de poro de dos muestras de bentonita MX-80 en función de su densidad seca obtenido por MIP.

Tabla 3.3. Resultados de las porosimetrías por intrusión de mercurio realizadas en dos muestras de bentonita MX-80 representativas.

Referencia	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)
MX8015	1,50	11,0	37	11127	25	19	39
MX8017	1,70	11,0	23	6596	40	19	37

^(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

3.2. Arcilla Opalinus

En muchos países las formaciones arcillosas son candidatas a albergar repositorios de residuos radiactivos por su baja permeabilidad y capacidad de auto-sellado. En 1995 varias organizaciones internacionales decidieron comenzar un proyecto internacional de investigación en la galería del túnel de Mont Terri, al noroeste de Suiza, en una formación arcillosa del Mesozoico, la denominada arcilla Opalinus (Aalenense, Figura 3.5). Las muestras de arcilla Opalinus usadas en este trabajo proceden de un sondeo excavado en dicho laboratorio subterráneo, Mont Terri, ubicado en el macizo del Jura (Suiza, www.mont-terri.ch). Esta formación está compuesta principalmente por arcilla margosa con diferentes proporciones de cuarzo y carbonatos con una edad aproximadamente de 180 m.a. (piso Aalenense). En el laboratorio subterráneo de Mont Terri la arcilla Opalinus tiene un espesor en torno a 140 m y se encuentra a una profundidad actual entre 250 y 320 m (Bossart y Wermeille, 1999; Marschall *et al.*, 2004).

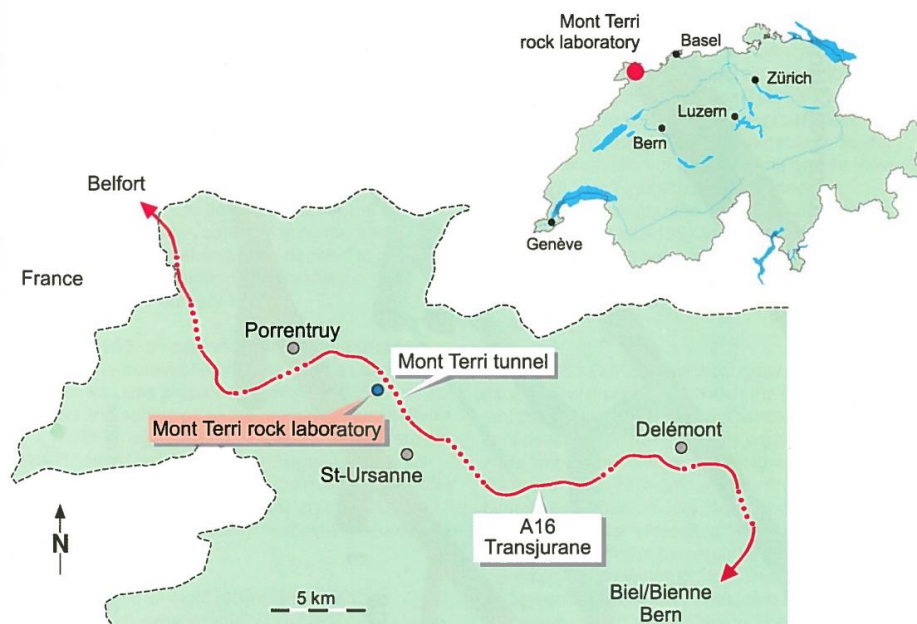


Figura 3.5. Situación geográfica del laboratorio subterráneo Mont Terri (tomado de Bossart y Thury, 2008).

De las tres facies que componen la formación arcillosa Opalinus, resultado de los diferentes ambientes sedimentarios establecidos durante su depósito, los materiales usados en esta investigación pertenecen a la facies de tipo *shale* (roca sedimentaria de grano fino compuesta principalmente por minerales arcillosos), que resulta ser la más homogénea y visiblemente laminada con un contenido en arenas bajo. En concreto, las muestras extraídas para los ensayos en los que se quieren determinar las propiedades de transporte de gas proceden del sondeo BDR-1.

En estudios previos realizados en la arcilla Opalinus se extrajeron muestras de otros dos sondeos procedentes de ensayos en marcha en el propio laboratorio subterráneo de Mont Terri por NAGRA (BHG-D1 y BHT-1), y cabe mencionarlas aquí porque se obtuvieron parámetros de interés para el análisis de las propiedades de transporte de gas. Las

características del conjunto de sondeos con los que se ha trabajado vienen resumidas en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4. Características de los tres sondeos de arcilla Opalinus procedentes del laboratorio subterráneo de Mont Terri.

Sondeo	Fecha envío al CIEMAT	Humedad natural (%)	Densidad seca (g/cm ³)	Peso específico (g/cm ³)
BDR-1	Marzo 2010	6,4	2,33	2,71
BHG-D1	Marzo 2010	7,1	2,28	2,70
BHT-1	Mayo 2009	6,6-8,0	2,26	2,70-2,72

Desde un punto de vista mineralógico la arcilla Opalinus de tipo *shale* está compuesta por un 40-80 % de minerales arcillosos (entre los que se incluyen interestratificados de illita y esmectita), 10-40 % de cuarzo, 5-40 % de calcita y, en menor proporción, de siderita, pirita y materia orgánica (Bossart y Wermeille, 1999). El rango de densidades secas está comprendido entre 2,20 y 2,41 g/cm³, la humedad higroscópica entre el 5,0 y 8,9 % y la conductividad hidráulica entre $2 \cdot 10^{-14}$ y $1 \cdot 10^{-12}$ m/s (Marschall *et al.*, 2004).

Se midió la succión total en un testigo del sondeo BDR-1 en el laboratorio a temperatura ambiente (21 °C) con dos sensores insertados en orificios perfectamente adaptados. El valor de succión en equilibrio fue de $31,1 \pm 0,1$ MPa para una densidad seca de 2,33 g/cm³ y humedad del 6,4 %.

De los sondeos BHG-D1 y BHT-1 se extrajeron un conjunto de muestras de arcilla Opalinus de tipo *shale* para determinar las curvas de retención bajo diferentes condiciones (Villar y Romero, 2012). Los resultados obtenidos en las curvas de retención de agua se ajustaron a una expresión empírica en la que el parámetro P del ajuste de Van Genuchten (Van Genuchten, 1980) está relacionado con el valor de presión de entrada de aire y, por tanto, con el valor de succión a partir del cual el aire es capaz de entrar en la estructura porosa y establecer un flujo de gas continuo. Los valores de presión de entrada de aire calculados a partir de dicho ajuste estuvieron comprendidos entre 6 y 34 MPa ($\sim 2,33$ g/cm³) tendiendo a ser mayor para aquellas muestras bajo esfuerzo (Villar y Romero, 2012). Romero *et al.* (2012) obtuvieron un valor del parámetro P en torno a 18 MPa en muestras de arcilla Opalinus extraídas en otro sondeo (BHA-8/1).

Además, una de las muestras extraídas del sondeo BHG-D1 se liofilizó y analizó en el porosímetro de intrusión de mercurio (Figura 3.6, Villar y Romero, 2012). La densidad seca de dicha muestra era de 2,40 g/cm³ con una humedad de 3,4 %. La mayor parte de la porosidad se encontraba en el rango de mesoporos, con un tamaño de poro predominante de 11 nm. La entrada de aire correspondiente al tamaño de poro predominante calculada a partir de la ecuación de Laplace fue de 27,8 MPa. Romero *et al.* (2012) también calcularon presiones de entrada de aire mediante la ecuación de Laplace en arcillas Opalinus extraídas del sondeo BHA-8/1, obteniendo un valor de presión de entrada de aire en torno a 13 MPa.

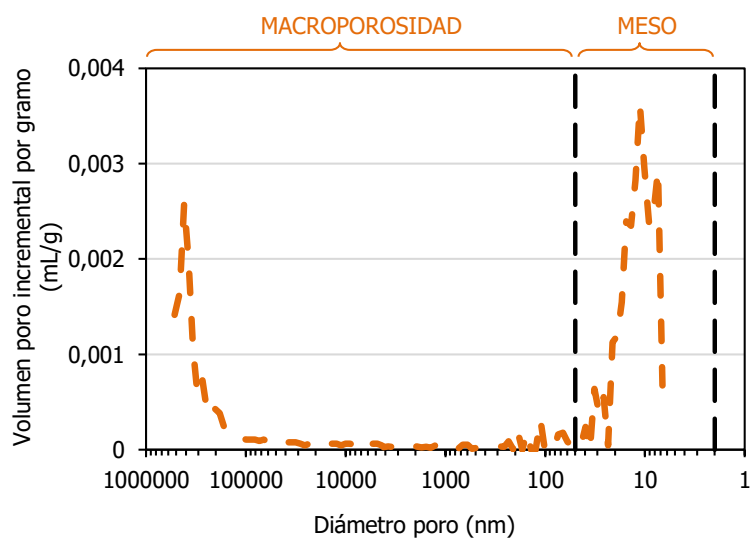


Figura 3.6. Distribución del diámetro de poro en una muestra de arcilla Opalinus del sondeo BHG-D1 obtenida por MIP.

Capítulo 4. Metodología

A efectos de desarrollar el trabajo experimental planteado dentro de esta investigación y poder determinar las propiedades de transporte de gas en los materiales usados, es de suma importancia contar con un plan sistemático y adecuado de trabajo. Se ha realizado una minuciosa revisión y selección del conjunto de técnicas y procedimientos experimentales, así como del equipo de laboratorio necesario para lograrlo. El equipo de laboratorio debe ser capaz de reproducir de la manera más realista las condiciones esperadas en el almacén, aportando la información necesaria en la obtención de los parámetros que permitan realizar modelos y diseños más adecuados.

Se han llevado a cabo dos tipos de ensayos: 1) **ensayos de permeabilidad al gas** y, 2) **ensayos de *breakthrough***, encaminados a determinar la presión de paso de gas o presión de *breakthrough* a través de muestras completamente saturadas. Con estos ensayos se pretende, principalmente, determinar los valores de presión de *breakthrough* y la permeabilidad al gas en diferentes muestras, variando su humedad, grado de saturación, densidad, diámetro y altura, para ver el efecto que tienen estas variables sobre las propiedades de transporte de gas en el material.

La fase gaseosa utilizada en los ensayos es nitrógeno seco, como otros muchos autores (Pusch y Forsberg, 1983; Marschall *et al.*, 2005; Jacops *et al.*, 2014), aunque los gases potencialmente producidos en el almacén serán hidrógeno (en la interfase contenedor/barrera), metano y dióxido de carbono. Los dos primeros no se consideraron adecuados por cuestiones de seguridad y el tercero por reactividad química en las muestras.

Pusch y Forsberg (1983) realizaron comparativas con nitrógeno e hidrógeno sin hallar variaciones remarcables. Concluyeron que el tipo de gas usado no introduce variaciones en los resultados pues los procesos físicos considerados dependen de las fuerzas de tensión superficial existentes siendo iguales para todos los gases.

El nitrógeno es un gas seguro, sencillo de usar e inerte, que asegura la ausencia de reacciones químicas cuando se transporta a través de los materiales de estudio. Al usar nitrógeno gas con un alto grado de pureza, la densidad del gas dependerá únicamente de la presión de gas aplicada.

El parámetro que mide la desviación de un gas real respecto del comportamiento que tendría como gas ideal se denomina factor de compresibilidad (Z) y puede determinarse mediante ecuaciones de estado o a partir de observaciones experimentales (L'air liquide, 1976; Lide y Kehiaian, 1994). Este parámetro cobra importancia cuando las presiones empleadas son elevadas. En el rango de presiones y temperaturas a las que tienen lugar los ensayos en este trabajo, la máxima diferencia esperada con respecto a un gas ideal se da a 20 °C y 48 bar con $Z = 0,99364$ (Figura 4.1). Este valor de Z indica una sobreestimación del 0,64 % en el valor de densidad real cuando el gas es considerado ideal.

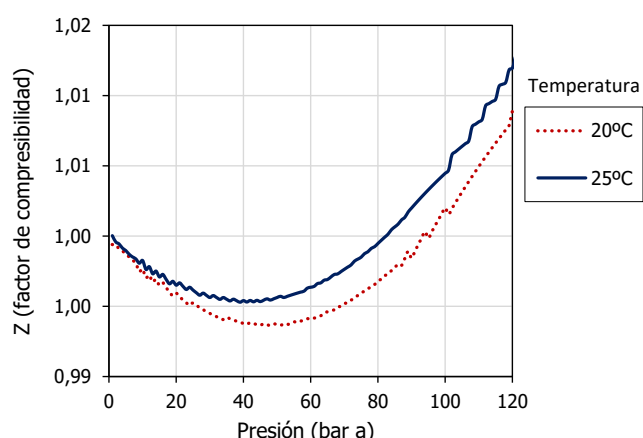


Figura 4.1. Factor de compresibilidad del nitrógeno frente a diferentes presiones en función de la temperatura (valores obtenidos de Fluidat).

En los siguientes apartados se detallará la metodología seguida en cada uno de los ensayos propuestos en este trabajo:

Apartado 4.1: ensayos de permeabilidad al gas en bentonita mediante dos tipos de permeámetros.

Apartados 4.2-4.3: ensayos de *breakthrough* en bentonita y juntas granito/bentonita.

Apartado 4.4: ensayos de permeabilidad al gas en arcilla Opalinus.

Apartado 4.5: proceso de desmontaje y análisis post mortem.

4.1. Ensayos de permeabilidad al gas en bentonita

Se ha realizado la medida de permeabilidad al gas en probetas no saturadas de bentonita compactada mediante dos métodos: (1) permeámetro de carga variable y, (2) permeámetro de carga fija. En los permeámetros se entiende por carga la diferencia entre presión de fluido, en nuestro caso gas, aplicada a la entrada de la muestra (inyección) y, la presión de gas a la salida. La preparación de las muestras y la celda triaxial que las alberga durante los ensayos es semejante en ambos casos.

Los valores de presión se indican en unidades absolutas, salvo indicación contraria.

4.1.1. Preparación y montaje de las muestras

Las muestras de bentonita FEBEX y MX-80, preparadas para los ensayos de permeabilidad al gas, se han fabricado por compactación uniaxial de la bentonita granular en el interior de un molde adaptado a las medidas deseadas (Figura 4.2). La muestra cilíndrica de arcilla compactada tiene un diámetro nominal de 38 mm y una altura de 78 mm. Las presiones de compactación, aplicadas mediante una prensa hidráulica automática, oscilan entre 1,4 y 8 MPa para densidades de 1,39 y 1,82 g/cm³ en las muestras de bentonita MX-80 con humedades comprendidas entre 8,4 y 21,2 %, respectivamente (Figura 4.3).

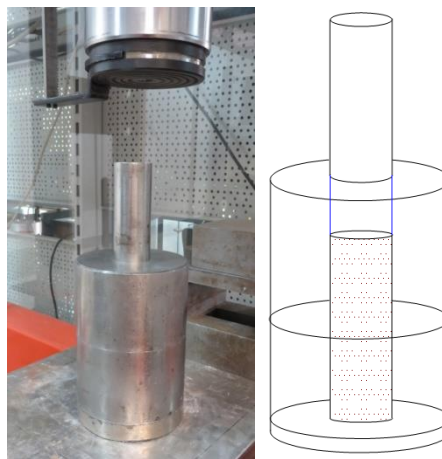


Figura 4.2. Molde usado en la fabricación de las muestras de los ensayos de permeabilidad al gas.

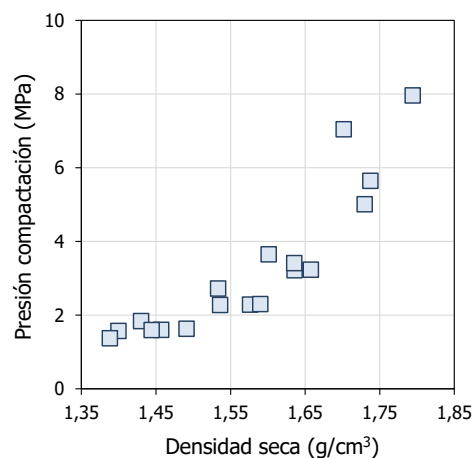


Figura 4.3. Presión de compactación en función de la densidad seca inicial obtenida en las muestras de bentonita MX-80.

Para los diferentes ensayos se han preparado muestras de bentonita de distinta humedad y densidad, incluyendo muestras con su humedad higroscópica y otras con humedades superiores conseguidas mediante la adición de agua desionizada con una bureta. Para ello se ha mezclado la bentonita con la cantidad de agua necesaria para alcanzar la humedad deseada y, a continuación, se ha dejado homogeneizar durante varios días en el interior de bolsas de plástico herméticas para facilitar una distribución homogénea de la humedad.

Tras la preparación de las muestras se procede a comprobar las dimensiones y masa de las probetas obtenidas. Estos valores, medidos directamente, son necesarios para el cálculo de parámetros iniciales como el volumen, densidad seca, humedad y grado de saturación.

Las densidades secas y humedades obtenidas se encuentran entre 1,39 y 1,82 g/cm³ y entre 8,4 y 21,2 %, respectivamente, para la bentonita MX-80. En la bentonita FEBEX se han obtenido densidades secas comprendidas entre 1,40 y 1,80 g/cm³ con humedades entre 13,1 a 22,7 %.

Para comprobar cómo influye la manera en la que se añade agua a la muestra, algunas muestras se humectaron mediante agua en fase vapor. Para ello se prepararon desecadores con soluciones de ácido sulfúrico de concentración conocida, que generan las humedades relativas y, por tanto, las succiones deseadas. Para obtener succiones de 52 y 39 MPa se han preparado disoluciones de ácido sulfúrico con concentraciones de 33,0 y 29,0 %, respectivamente. La relación entre ambos parámetros (concentración en ácido sulfúrico y succión generada) y otros, como la actividad y densidad de la solución, vienen expresadas en tablas obtenidas experimentalmente (Gmitro y Vermeulen, 1964; Lide, 1995). Se han elegido estas succiones de 52 y 39 MPa porque según la curva de retención de la bentonita MX-80, las humedades de equilibrio de la bentonita para estas succiones son aproximadamente 14 y 16 %, respectivamente (Villar *et al.*, 2014).

Una vez que la solución de ácido sulfúrico está preparada se introducen las muestras con dicha solución en un desecador al vacío (Figura 4.4, izquierda). La transferencia de agua entre la muestra de arcilla y la atmósfera en el interior del desecador puede modificar la densidad de la solución, por lo que es necesario comprobar la densidad al comienzo y al final del proceso mediante un densímetro (Figura 4.4, derecha). Por último, se realiza un seguimiento por pesadas hasta comprobar que el material ha tomado la cantidad de agua deseada hasta que el material ha llegado al equilibrio con la succión aplicada.

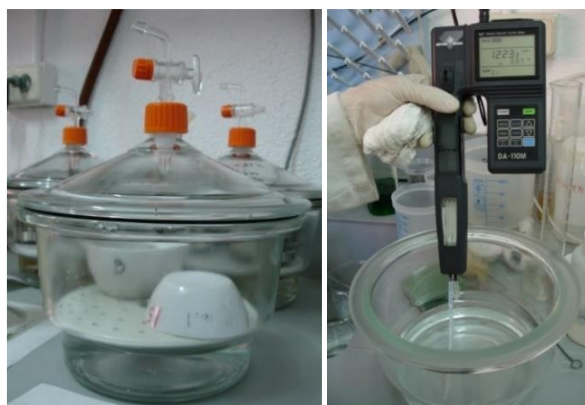


Figura 4.4. Muestras de bentonita MX-80 en el interior del desecador (izquierda). Verificación de que la densidad se corresponde con la concentración de ácido sulfúrico deseada (derecha).

Antes de introducir la muestra en la celda triaxial se colocan, en cada uno de sus extremos, un filtro de papel y una piedra porosa de igual diámetro que la muestra. A continuación, el conjunto compuesto por la muestra, los filtros de papel y las piedras porosas, se enfunda en dos camisas de látex superpuestas para evitar la deformación y asegurar un contacto perfecto con la probeta durante el ensayo de permeabilidad al gas (Figura 4.5, izquierda). Entre ambas camisas se aplica grasa de vacío para evitar la pérdida de gas a través de ellas. Los filtros de papel, con un espesor de 0,18 mm, son la interfase entre la piedra porosa y la arcilla bentonítica. Las piedras porosas tienen un espesor aproximado de 5,00 mm y una porosidad de $35 \pm 2 \%$.

Seguidamente, el conjunto enfundado, se introduce en el interior de la celda triaxial evitando que se produzcan pliegues en las camisas de látex y, de esa manera, prevenir posibles zonas de debilidad por las que pueden producirse roturas (Figura 4.5, derecha). Antes de comenzar el ensayo, para asegurar la perfecta adherencia de la camisa de látex a la muestra, la celda triaxial se llena con agua desaireada y se le aplica una presión de 0,6 MPa a la cámara mediante el controlador de presión confinante.



Figura 4.5. Muestra con sus respectivos filtros enfundada en dos camisas de látex (izquierda) y su posterior colocación en el interior de la celda triaxial (derecha).

La celda triaxial utilizada es una celda comercial modificada, aunque los ensayos no se realizan bajo condiciones triaxiales reales. Las paredes son de metacrilato y son capaces de soportar presiones de hasta 3 MPa. La celda tiene cuatro entradas en la base, una de ellas conectada con la parte superior de la muestra (drenaje), otras dos con la parte inferior (drenaje/presión de poro) y otra que conecta con la presión confinante (Figura 4.6). Las válvulas de estas entradas no producen cambios en el volumen al accionarlas.

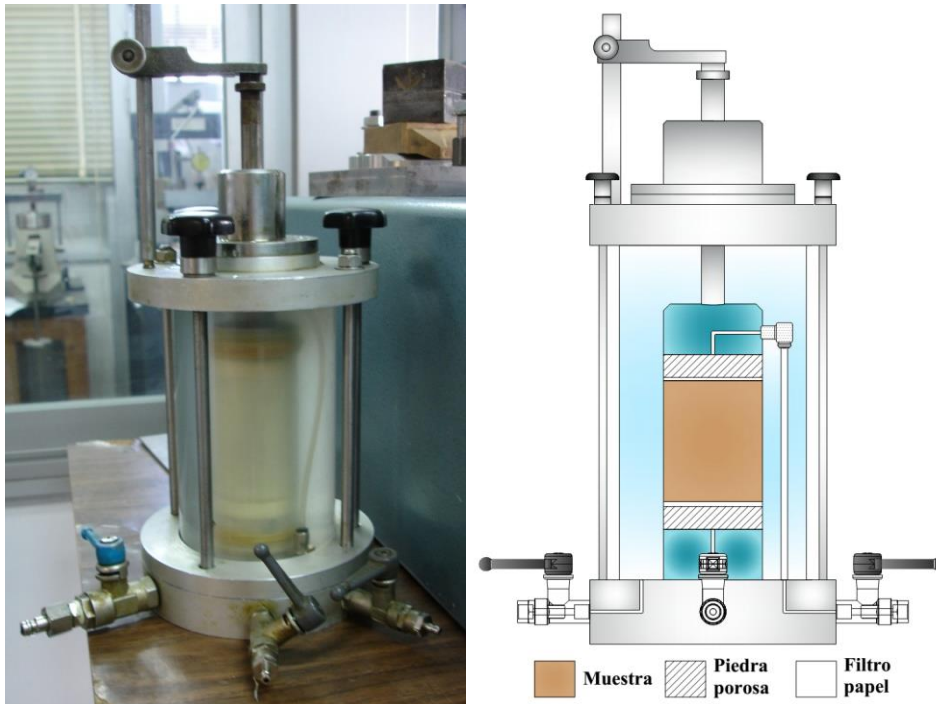


Figura 4.6. Celda triaxial usada en los ensayos de permeabilidad al gas.

4.1.2. Equipo experimental

Los ensayos de permeabilidad al gas se han realizado en dos tipos de permeámetros:

- (1) El permeámetro de carga variable aplica presiones al sistema (presión de inyección y confinamiento) y, durante el ensayo se monitorizan: la presión en el interior del tanque y la temperatura del laboratorio.
- (2) El permeámetro de carga fija aplica presiones al sistema (presión de inyección, cola y confinamiento) y, durante el ensayo se monitorizan: los flujos de entrada y salida de la muestra, las presiones de entrada y salida y la temperatura a la que está la muestra, y la presión confinante.

4.1.2.1. Permeámetro de carga variable

La medida de la permeabilidad al gas en el permeámetro de carga variable está basada en el método de Kirkham (1946) y consiste en la presurización de un tanque de volumen conocido y constante para, a continuación, liberar esta presión a la atmósfera a través del material al cual se quiere medir la permeabilidad (Figura 4.7). El valor de permeabilidad se calcula a partir de la disminución de la presión en el tanque con el paso del tiempo. Para ello debe asumirse que, mientras la presión de gas disminuye en el interior del tanque, la distribución de presiones en el interior de la muestra es igual a la que existiría si una presión de gas instantánea se mantuviese en el tanque durante un largo periodo de tiempo.

La presión confinante se aplica mediante presión de agua con un controlador de presión conectado a la válvula de la celda triaxial que comunica con el espacio que queda entre la muestra y la pared de la celda. Así se consigue que la presión confinante se transfiera de igual manera a toda la superficie lateral de la muestra.

La inyección de gas se realiza conectando la válvula que comunica el conducto inferior de la celda triaxial a un depósito esférico y estanco de volumen conocido ($2,21 \cdot 10^{-2} \text{ m}^3$), en el que previamente se introduce gas nitrógeno a una presión ligeramente superior a la atmosférica. Se escoge un valor de presión bajo para mantener constantes en el tiempo las propiedades del gas y evitar perturbaciones en la muestra. El depósito dispone de un sensor de presión que registra la presión de fluido en su interior en un rango de 0-1 MPa (presión absoluta), con un error combinado de $\pm 0,2 \%$ BSL (Best Straight Line). El resto del sistema de tuberías y llaves (de la marca Legris) son herméticas al agua y al gas y se encargan de conectar todos los componentes asegurando su perfecto sellado.

El sensor que registra la presión en el interior del tanque se encuentra conectado a un sistema de adquisición de datos y se controla mediante un *software* en el que se fija el intervalo de tiempo para la toma de datos.

Finalmente, como ya se ha mencionado, el gas usado ha sido nitrógeno con una densidad de 0,04 mol/L (Lide, 1995). En este permeámetro se han realizado ensayos para muestras de bentonita FEBEX y MX-80.

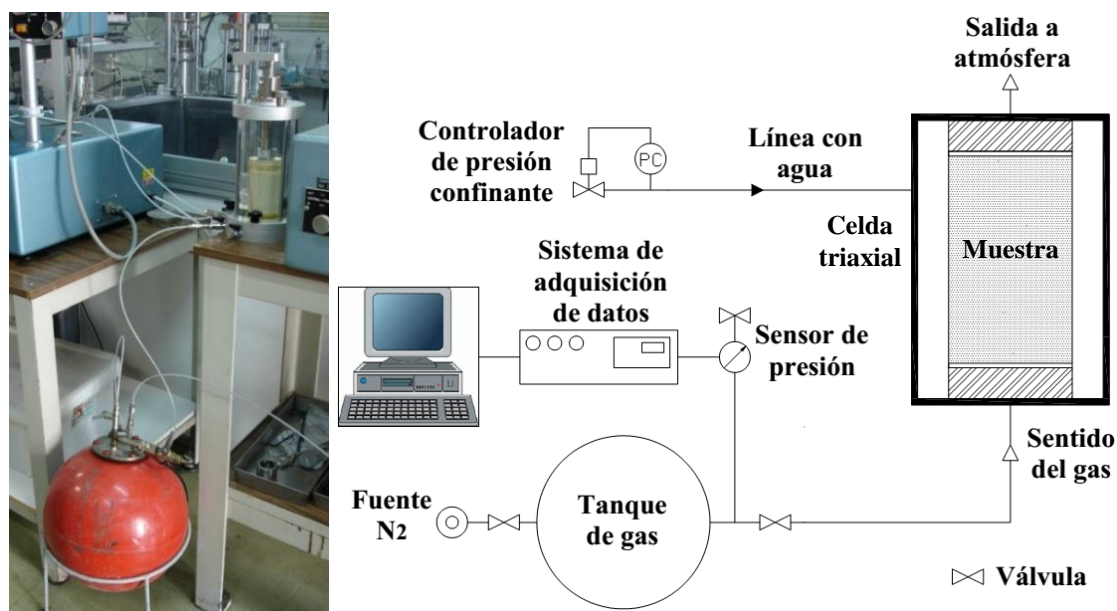


Figura 4.7. Equipo y representación esquemática del permeámetro de carga variable con el que se tomaron medidas de permeabilidad al gas.

4.1.2.2. Permeámetro de carga fija

Este permeámetro ha sido diseñado en el CIEMAT para trabajar a una carga hidráulica fija permitiendo el cambio del valor de la carga a la que se somete la muestra. También permite el control de la presión de confinamiento y, a través de caudalímetros, permite tomar medidas del flujo de entrada y salida de gas de la muestra.

El dispositivo experimental se compone de una celda triaxial en la que se introduce la muestra, un equipo encargado de aplicar presión confinante a la celda, unos controladores de presión que regulan las presiones del gas de inyección y de salida de la muestra, caudalímetros que miden flujos de gas, una serie de sensores de presión situados en diferentes puntos del sistema, depósitos que albergan un volumen fijo de gas, un filtro para

partículas y un sistema de tuberías y válvulas que conectan todas las partes anteriormente citadas (Figura 4.8).

- a. La celda triaxial se presuriza (**presión confinante**) con nitrógeno mediante un **acumulador de presión** que incluye una membrana elástica que actúa como separador entre el nitrógeno y el agua, fase que actúa en el sistema de presión de confinamiento. Este sistema permite alcanzar valores de 33 MPa. La cantidad de gas nitrógeno añadido al acumulador de presión se regula mediante un controlador de presión, calibrado para gas nitrógeno a una temperatura de 20 °C y con un rango de presión entre 0,01 y 7,5 MPa. A su vez, es posible medir de forma redundante la presión confinante mediante un sensor de la marca DRUCK, con un rango de presión entre 0 y 35 MPa, y un error combinado de $\pm 0,04$ % FS BSL (Full Scale Best Straight Line), instalado a la salida del acumulador.
- b. Las presiones de inyección y cola se regulan de manera independiente y pueden mantenerse constantes durante el tiempo necesario para alcanzar un flujo estacionario. Para ello se han utilizado **controladores de presión** EL-PRESS, HIGH-TECH, como los descritos en el punto anterior, pero con rangos de presiones distintos, entre 0,01-2,5 y 0,01-7 MPa. Dos de estos controladores se colocaron tras la fuente de nitrógeno gas (0,01-2,5 y 0,01-7 MPa), uno a la entrada de la muestra y otro al final del circuito (0,01-2,5 MPa), o lo que es lo mismo, a la salida de la muestra.
- c. Para controlar la presión existente en diferentes puntos del sistema, se instalaron tres **sensores de presión** en las entradas de la celda (en las entradas superior e inferior de la muestra y en la entrada de la presión de confinamiento). A su vez, se instalaron otros dos más al final de la línea, antes y después del controlador de presión. Los sensores instalados a la salida de la muestra tienen un rango de medida de presión de entre 0 y 4 MPa; mientras que los sensores situados en los conductos previos a la entrada de la muestra y de la presión confinante tienen un rango de presión entre 0 y 10 MPa, miden presión absoluta y tienen un error combinado de $\pm 0,25$ % BSL.
- d. Los flujos de gas a la entrada y salida de la muestra se miden mediante **caudalímetros** conectados en cascada, de mayor a menor rango, lo que permite aislar aquellos cuyo valor máximo sea sobrepasado. Los caudalímetros utilizados son de diferentes rangos de flujo: 0,2-10, 2-100 y 20-1000 mL/min en condiciones estándar (presión y temperatura, 1 atm y 0 °C, respectivamente). Esto significa que el mínimo y máximo valor medido sin incertidumbre en el sistema es de aproximadamente 0,2 y 1000 mL/min en condiciones estándar (STP). Los caudalímetros fueron calibrados en fábrica bajo las condiciones operantes en el laboratorio para conseguir la mayor precisión posible en los datos obtenidos. La calibración fue realizada para gas nitrógeno a una presión máxima de 7 MPa y temperaturas de 20 °C. El factor de conversión tiene aproximadamente una precisión superior al 2 % e inferior al 2,5 % en las condiciones experimentales esperadas en este tipo de ensayos ($20\text{ °C} < T < 25\text{ °C}$; $0,1\text{ MPa} < P < 8\text{ MPa}$).

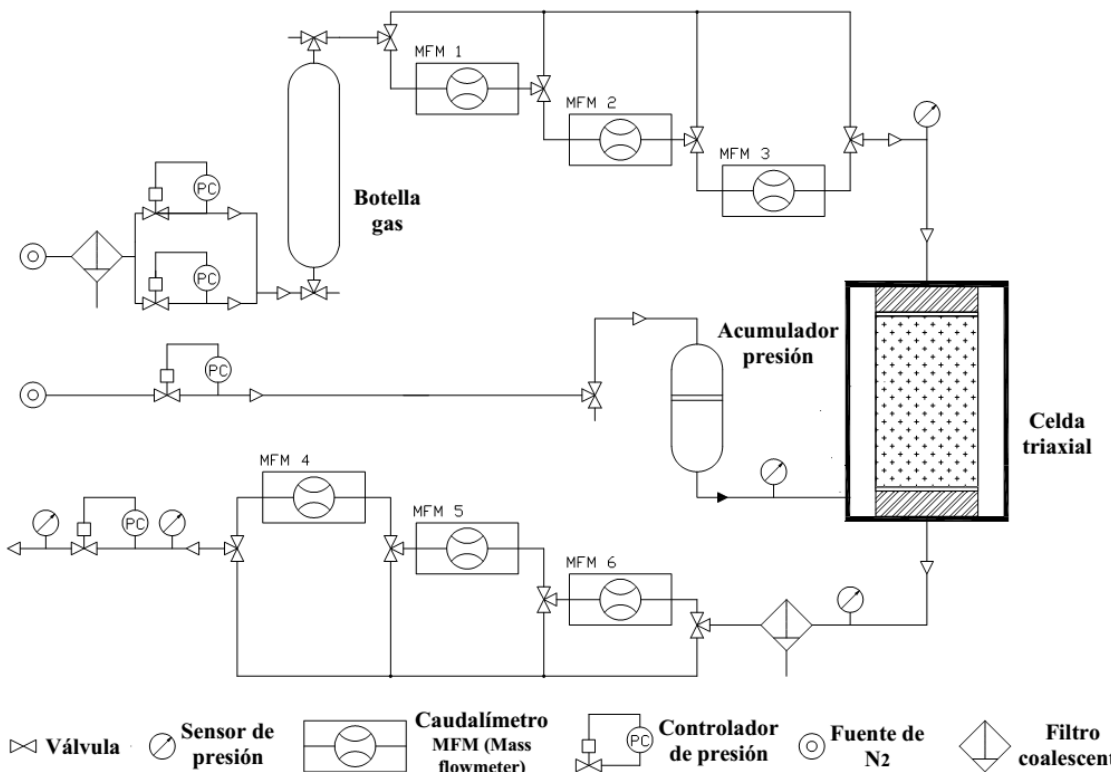
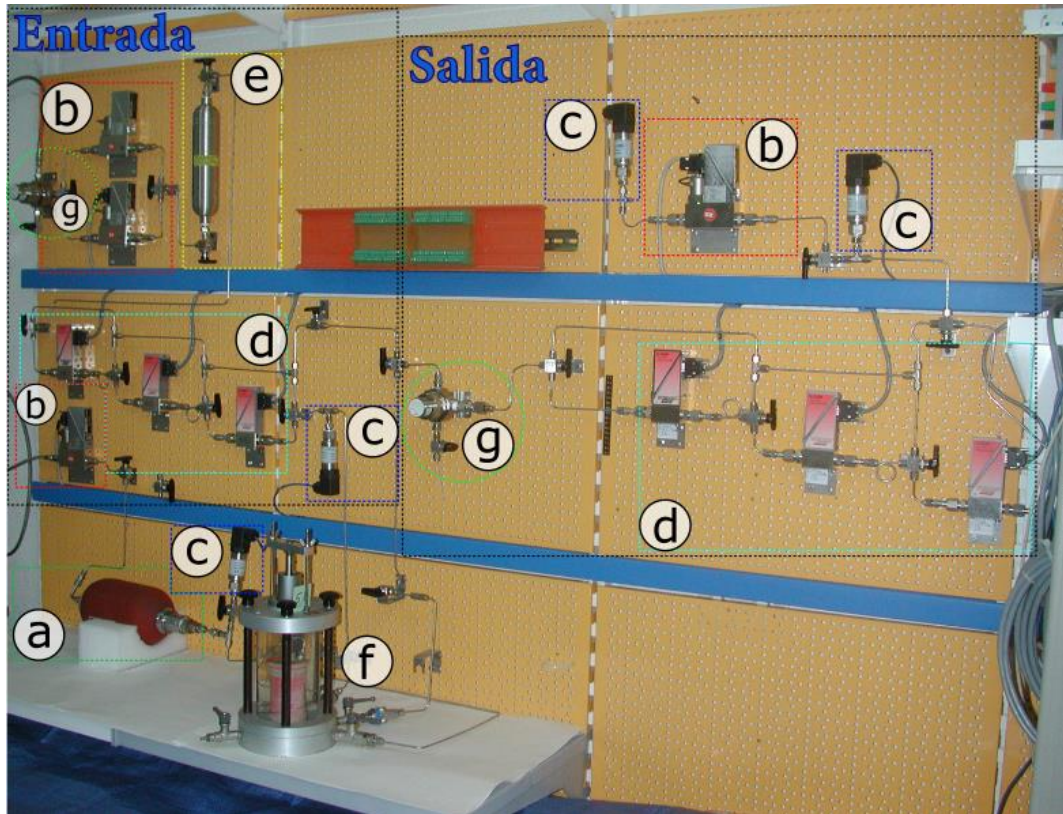


Figura 4.8. Equipo y representación esquemática de la primera versión de permeámetro de carga fija con el que se tomaron valores de permeabilidad al gas (MFM 1 y 6: 20-1000 mL/min, MFM 2 y 5: 2-100 mL/min y MFM 3 y 4: 0,2-10 mL/min).

- e. Con objeto de eliminar las fluctuaciones inducidas por los controladores de presión se instala (previamente al controlador de presión situado a la entrada del sistema)

un **depósito** de gas cilíndrico, con un volumen de 300 cm³ y que soporta presiones de hasta 34,4 MPa.

- f. Por último, en la pared externa de la celda se instala un **sensor de temperatura**, PT100, que permite un registro continuo de la temperatura a la que está la muestra durante el ensayo.
- g. Entre la fuente de gas nitrógeno y el controlador de presión, y entre el sensor de presión y los caudalímetros de salida de la muestra, se añade un **filtro** para la coalescencia y filtrado de partículas. La estructura en la que se montan las membranas es de acero inoxidable con un volumen interno de 19,7 cm³. Las membranas de filtrado están compuestas por fibras de cristales de borosilicato con un aglutinante epoxy, y el tamaño de poro es de 0,3 µm.
- h. Todos los componentes previamente citados se encuentran conectados a través de tubos y válvulas de acero inoxidable herméticas al gas. Las válvulas utilizadas tienen de dos y tres vías, y aseguran un correcto funcionamiento para presiones <17,2 MPa.

Tras un tiempo en funcionamiento y para duplicar la capacidad de medida del sistema, el equipo se dividió en dos líneas independientes de medida (Figura 4.9). Se eliminaron, sustituyeron y reubicaron distintos componentes (Figura 4.10 y Figura 4.11):

- a. La **presión confinante** de la segunda línea se genera mediante un **controlador digital de presión y cambio de volumen (GDS)** que soporta presiones de hasta 16 MPa. Este consiste en un actuador hidráulico controlado por un microprocesador para la precisa regulación y medida de presión y cambios de volumen.
- b. En esta versión se **eliminan controladores** en el sistema y solo se deja uno que se reubica entre el depósito de gas y el sensor de presión instalado antes de la entrada superior de la celda triaxial. Además, el controlador colocado en la nueva ubicación registra un rango de presión más elevado (de hasta 10 MPa) que los inicialmente instalados.
- c. Los **sensores** situados en las líneas previas a la entrada de la celda se sustituyen por otros con un rango de presión superior, con un rango de presión entre 0 y 35 MPa y un error combinado de ±0,04 % FS BSL.
- d. En la nueva versión del sistema, la presión de cola (parte inferior de la muestra) se mantiene abierta a la atmósfera durante los ensayos y solo se mide el flujo de gas a la salida a través de los **caudalímetros**. Los caudalímetros de mayor rango de medida (20-1000 mL/min) se sustituyen por unos de menor rango 0,02-2 mL/min.
- e. Se añade otro **depósito** de características semejantes al que había, de 300 cm³ de volumen y con una presión máxima de 34,4 MPa.
- f. En ambas líneas se instala, a la salida de la celda, un **sensor de humedad y temperatura**. Su propósito es determinar si se dan cambios en la humedad a la salida de la muestra, y si es así, buscar una posible correlación entre la humedad y el flujo de gas.

- g. Las dos **fuentes de gas nitrógeno** del comienzo (para alimentar el acumulador de presión y el sistema) se reducen a una única fuente para todo el sistema.

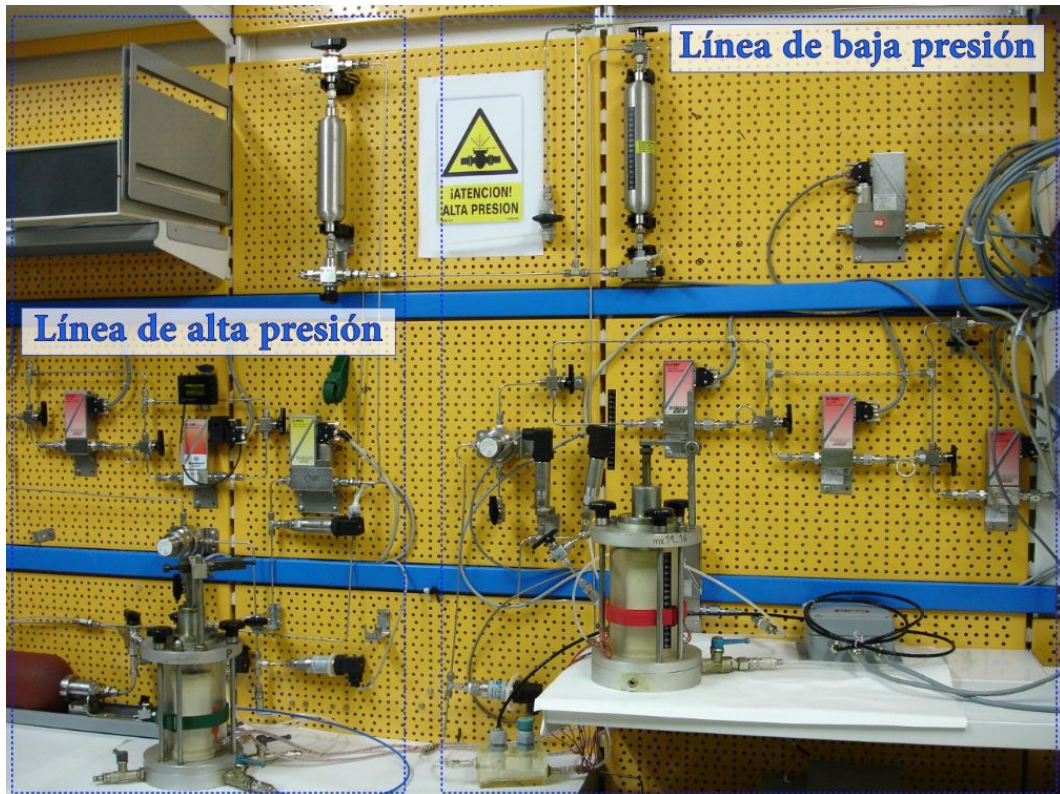


Figura 4.9. Equipo tras la separación en dos líneas independientes conectadas a celdas triaxiales.

Todos los componentes electrónicos citados están conectados a un sistema de adquisición de datos. Los controladores de presión se unen al ordenador a través de una interfase de control que alimenta y controla las señales recibidas y transmitidas. Los sensores de presión y caudalímetros van conectados a un sistema de adquisición de datos que transmite los valores de presión y flujo medidos al ordenador en el cual se encuentra instalado un *software* especialmente diseñado para este tipo de ensayos. El *software* se ha realizado con el lenguaje de programación "LabView™ 2011" y desde este se controlan las presiones de los controladores, GDS y acumulador de presión. A su vez, a través de los distintos monitores de los que dispone el programa es posible ver, en tiempo real, todos los valores de presión y flujo del sistema (Figura 4.10 y Figura 4.11). Para evitar pérdidas de corriente en el sistema el ordenador, el sistema de adquisición de datos y la interfase de control van conectados a un sistema de alimentación ininterrumpida.

Tras la modificación del sistema y su división en dos líneas independientes, se han podido aplicar y registrar valores de presión superiores debido al mayor rango de los nuevos componentes (sensores de presión, controladores, etc.). La línea conectada al GDS no permite aplicar presiones confinantes tan elevadas (16 MPa) como la línea conectada al acumulador de presión OLAER (33 MPa); por ello estas líneas se denominan de baja presión (Figura 4.10) y alta presión (Figura 4.11), respectivamente.

100

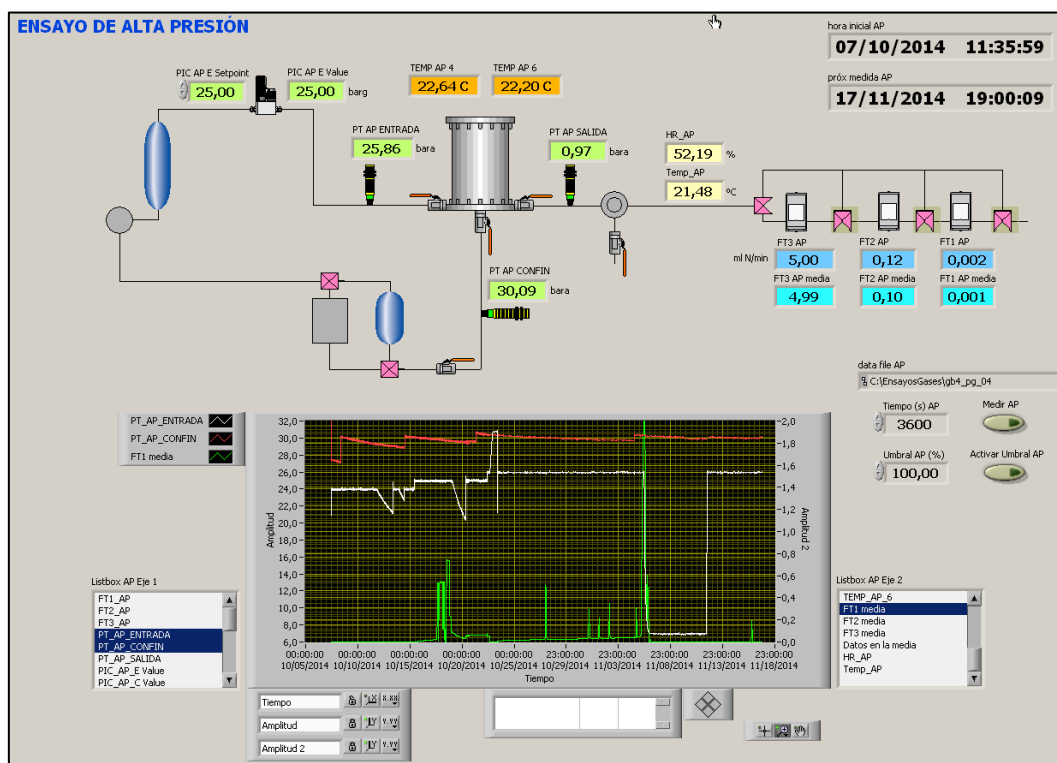
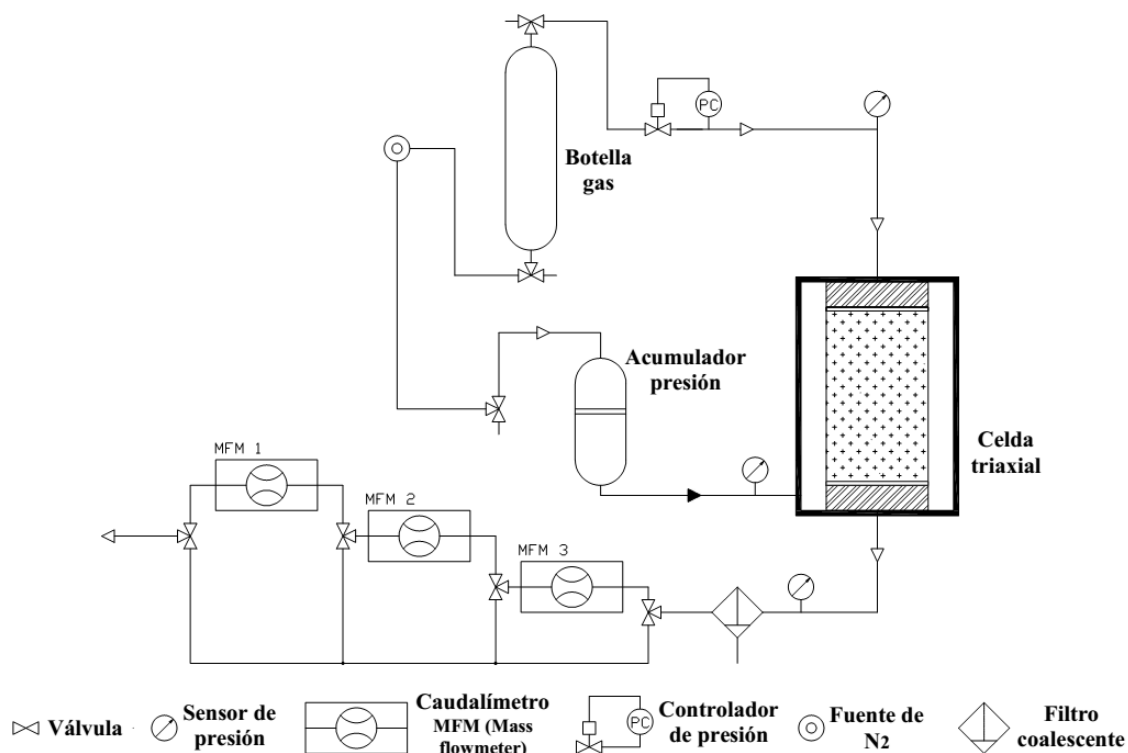


Figura 4.11. Representación esquemática de la línea conectada al acumulador de presión (línea de alta presión) y el aspecto de la pantalla de control de dicha línea.

4.1.3. Procedimiento experimental

Las 15 muestras preparadas de bentonita FEBEX (PGFBX) fueron analizadas únicamente en el permeámetro de carga fija, mientras que las 22 muestras de bentonita MX-80 (PGMX) se analizaron, en primer lugar, en el permeámetro de carga variable y, a continuación, solo si la muestra poseía una densidad seca $>1,40 \text{ g/cm}^3$ y un grado de saturación $>50 \%$ (es decir, una permeabilidad baja), se conectaba al permeámetro de carga fija.

4.1.3.1. Permeámetro de carga variable

En este tipo de permeámetro, la inyección de gas nitrógeno se realiza por la parte inferior de la muestra y la toma de la parte superior se deja abierta a la atmósfera. El ensayo consiste en dejar salir el gas del depósito a la atmósfera a través de la probeta, mientras se mide la disminución de presión en el depósito en función del tiempo. El ensayo se realiza a temperatura constante y en este trabajo ha sido la del laboratorio.

La presión del tanque al principio del ensayo tiene un valor bajo, próximo a 203 kPa, para mantener las propiedades del gas constantes en el tiempo y evitar perturbaciones en el material.

Una vez conectada la celda al equipo, se comprueba la estanqueidad del sistema. A continuación, se procede a realizar la primera medida de permeabilidad. Si el paso de gas se produce de manera rápida, se realiza una segunda medida de permeabilidad. El valor final de permeabilidad corresponderá al valor promedio de ambas medidas. Sin embargo, si el paso de gas es lento (varios días), no se repite el ensayo para evitar el secado de la muestra.

Este tipo de ensayo no permite medir valores de permeabilidad bajos, por lo que no se usa para muestras con una densidad seca y humedad elevada ($\geq 1,70 \text{ g/cm}^3$ y $\geq 20,0 \%$).

4.1.3.2. Permeámetro de carga fija

En este caso, la inyección de gas se realiza por la parte superior de la muestra y la parte inferior queda conectada a tres caudalímetros en serie que miden el flujo de gas que pasa a través de la muestra. Las presiones de inyección aplicadas en este ensayo son superiores a las empleadas en el anterior, desde 150 a 800 kPa.

El procedimiento de trabajo seguido en el permeámetro de carga fija se modificó de unas muestras a otras tras la división en dos de la línea inicial. Para el estudio de las muestras de bentonita FEBEX (que fueron las primeras que se realizaron) se siguió un procedimiento, mientras que para las muestras de bentonita MX-80, realizadas después de las modificaciones en el equipo, se siguió otro procedimiento ligeramente diferente. En este apartado se explicarán en qué consisten ambos procedimientos.

El ensayo en el permeámetro de carga fija se realiza para aquellas muestras preparadas con las densidades secas y humedades más elevadas ($\geq 1,40 \text{ g/cm}^3$ y $\geq 16,0 \%$) en las que se quiere estudiar el efecto de las condiciones de contorno sobre la permeabilidad de la muestra. Para ello, las variables consideradas son las presiones de inyección, de salida y confinante durante un mismo ensayo siguiendo un patrón semejante para todas ellas (Figura 4.12):

Etapas 1: bajo unas condiciones de confinamiento constantes (600 kPa) y una presión de cola atmosférica, se aumenta progresivamente la presión de inyección desde 100 kPa hasta 400 kPa.

Etapas 2: bajo una presión de inyección constante (400 kPa) y una presión de cola atmosférica, se aumenta la presión confinante de 600 a 1000 kPa.

Etapas 3: bajo una presión confinante constante (1000 kPa) y una presión de cola atmosférica, se aumenta la presión de inyección en escalones constantes hasta 800 kPa.

Etapas 4: bajo una presión confinante constante (1000 kPa) y una presión de inyección constante (800 kPa), la presión en cola se incrementa en escalones de 200 kPa hasta alcanzar un valor de 600 kPa.

Etapas 5: al final del ensayo, la presión de inyección y la de cola se disminuyen simultáneamente bajo unas condiciones confinantes de 1000 kPa.

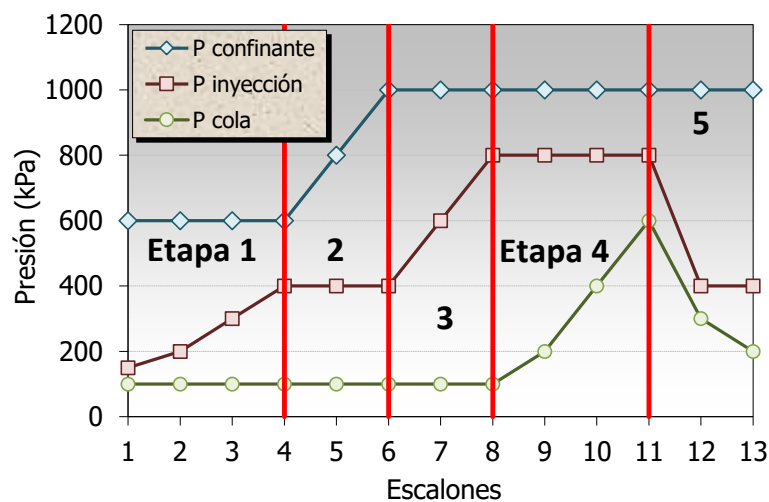


Figura 4.12. Escalones de presión seguidos en los ensayos de permeabilidad al gas en el permeámetro de carga fija para los ensayos de bentonita FEBEX comprendidos entre PGFBX3 y PGBX14.

En el ensayo PGFBX14, después de estas cinco etapas, se aumentó la presión confinante hasta 1200 kPa permitiendo el aumento de la presión de inyección y cola hasta 1000 y 800 kPa, respectivamente. El ensayo PGFBX16 se realizó en una celda triaxial con cuerpo de acero inoxidable con el fin de aplicar presiones confinantes superiores a las aplicadas hasta el momento, debido a que la muestra tenía un elevado grado de saturación inicial. La salida se mantuvo abierta a atmósfera a lo largo del ensayo, mientras la presión confinante y la de inyección variaron como muestra la Figura 4.13.

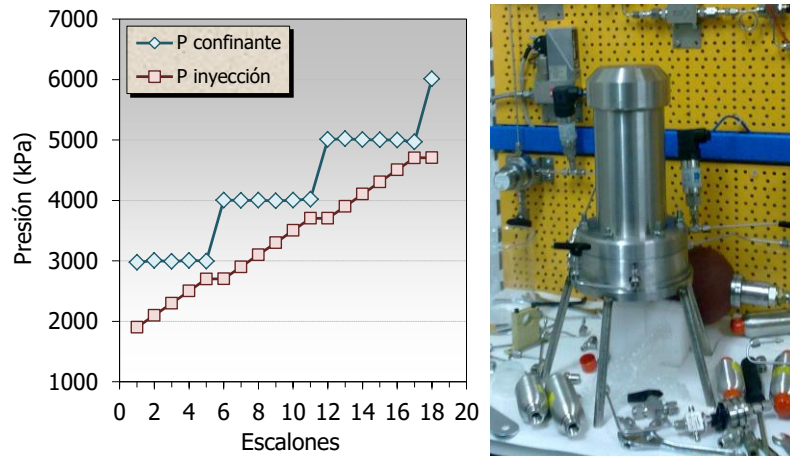


Figura 4.13. Escalones de presión seguidos durante el ensayo de permeabilidad al gas en el permeómetro de carga fija en el ensayo PGFBX16. Celda triaxial de acero a la que se le pueden aplicar presiones superiores.

Tras la modificación del sistema y su división en dos líneas distintas se modificó el patrón previamente descrito a otro muy semejante que se describe a continuación (Figura 4.14):

Etapas 1: la presión de inyección se establece en 150 kPa, y la presión de confinamiento en 600 kPa al comienzo del ensayo. La salida queda abierta a la atmósfera durante todo el ensayo. Se aumenta la presión de inyección desde 150 kPa hasta 200 kPa mientras la presión confinante permanece constante (600 kPa).

Etapas 2: se aumenta la presión de inyección desde 200 hasta 400 kPa en pasos de 100 kPa mientras la presión confinante se mantiene estable en 600 kPa. A partir de ese momento, la presión de inyección y la confinante se van aumentando de manera alterna, primero la confinante 200 kPa, y a continuación, la presión de inyección 100 kPa manteniendo siempre una diferencia de 200 kPa entre ambas (la presión confinante fue siempre 200 kPa mayor que la presión de inyección).

Etapas 3: se sigue la pauta inversa de la **Etapas 2**, disminuyendo la presión de inyección y confinamiento, empezando siempre por la presión de inyección.

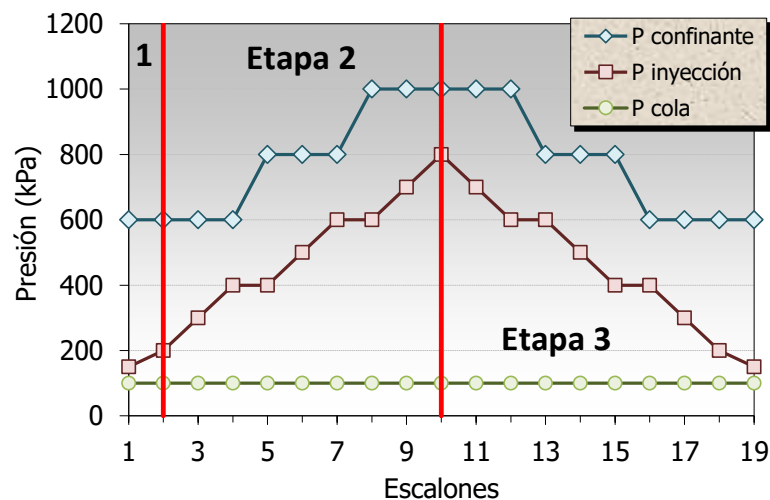


Figura 4.14. Escalones de presión seguidos durante el ensayo de permeabilidad al gas en el permeómetro de carga fija para muestras de bentonita MX-80 de densidad seca $>1,40 \text{ g/cm}^3$ y grado de saturación $>50 \%$.

Sobre este procedimiento estándar, dependiendo del tipo de muestra, se alcanzan unos valores u otros. Por ejemplo, en el ensayo PGMX19_16, de mayor densidad seca, fue necesario aplicar presiones de inyección y confinante superiores a 1400 y 1600 kPa, respectivamente.

4.1.4. Cálculo de la permeabilidad al gas

A continuación, se detallan los cálculos y ecuaciones aplicadas para obtener la permeabilidad al gas con cada uno de los métodos.

4.1.4.1. Permeámetro de carga variable (presión)

En el permeámetro de carga variable se aplica una presión inicial de inyección que disminuye conforme el gas atraviesa la muestra, siendo esta presión la variable medida. La ecuación aplicada para el cálculo de la permeabilidad efectiva en este tipo de ensayos es (Yoshimi y Osterberg, 1963) [4.1]:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = -2,3 \cdot \frac{V \cdot L \cdot \mu_g}{A \cdot \left(P_{atm} + \frac{P_0}{4}\right)} \cdot \frac{\text{Log}_{10} \left(\frac{P_t}{P_0}\right)}{t - t_0} \quad [4.1]$$

donde $k_{ig} \cdot k_{rg}$ es la permeabilidad efectiva al gas (m^2), V es el volumen del depósito en el que el gas se encuentra confinado al principio del ensayo (m^3), L es la longitud de la muestra (m), A es la superficie de dicha muestra (m^2), μ_g es la viscosidad dinámica del fluido utilizado, en este caso, nitrógeno ($\text{Pa} \cdot \text{s}$), P_{atm} es la presión atmosférica (Pa), P_0 es el exceso de presión sobre la presión atmosférica en el tiempo t_0 (s) y P_t (Pa) es el exceso de presión sobre la presión atmosférica en el tanque en el tiempo t (s). Esta ecuación se desarrolla de la misma manera que la ecuación del cálculo de la permeabilidad al agua con gradiente hidráulico decreciente, teniendo en cuenta la compresibilidad del gas en la resolución de la ecuación de continuidad de los gases. En el cálculo se ha asumido que la presión inicial (P_0) es ligeramente superior a la presión atmosférica (<200 kPa) para evitar el efecto de desviación producido por la diferencia del comportamiento de los gases con respecto al del agua, despreciable para los experimentos a presiones por debajo de 200 kPa (Lloret, 1982).

La relación entre la permeabilidad al gas (k_g , m/s) y el producto entre la permeabilidad intrínseca (k_{ig} , m^2) y la permeabilidad relativa al gas (k_{rg}) es [4.2]:

$$k_g = \frac{\rho_g \cdot g}{\mu_g} \cdot k_{ig} \cdot k_{rg} \quad [4.2]$$

Teniendo en cuenta la densidad y la viscosidad dinámica del nitrógeno (ρ , 1,12 kg/m³ y μ_g , 1,79·10⁻⁵ Pa·s, a 20 °C y 1 atm), se obtiene [4.3]:

$$k_g = 6,2 \cdot 10^5 \cdot \left(\frac{1}{m \cdot s} \right) \cdot k_{ig} \cdot k_{rg} \quad [4.3]$$

4.1.4.2. Permeámetro de carga fija (presión y flujo)

En el permeámetro de carga fija se aplica un valor fijo de presión de inyección mientras tiene lugar el flujo de gas a través de la muestra. Los datos obtenidos en este tipo de ensayos son: (1) los valores correspondientes de flujo de gas medidos mediante los caudalímetros máscos en las condiciones impuestas y, (2) los valores de presión aplicados sobre la muestra.

En este trabajo la presión efectiva se define como la diferencia entre la presión confinante y la presión media entre la presión de inyección y cola (Horseman y Harrington, 1994), y se asume que corresponde a un punto (medio) en el interior de la muestra. Aunque la distribución real de presiones en el interior de la muestra no es lineal, esta es la aproximación más aceptada para su cálculo, a falta de sensores instalados en zonas intermedias.

A partir de los valores registrados de flujo de gas, se aplica la ley de Darcy (apartado 2.3.2.1) convenientemente modificada, para el cálculo de la permeabilidad efectiva según el modelo de flujo bifásico para una fase gaseosa. Si se asume un flujo estacionario, en el que la velocidad del fluido en un punto es constante en el tiempo, para medios incomprensibles con fluidos intersticiales compresibles queda la siguiente expresión (Scheidegger, 1974) [4.4]:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = \frac{Q \cdot \mu_g \cdot L \cdot 2 \cdot P_m}{A \cdot (P_{up}^2 - P_{dw}^2)} \quad [4.4]$$

donde $k_{ig} \cdot k_{rg}$ es la permeabilidad efectiva en m², Q es el caudal medido mediante los caudalímetros (correspondiente al volumen STP del fluido en función del tiempo), A es la superficie de la muestra, μ_g es la viscosidad dinámica del fluido utilizado, en nuestro caso, nitrógeno (Pa·s), L es la longitud de la muestra, P_{up} y P_{dw} son las presiones de inyección y cola aplicadas en la parte superior e inferior de la muestra, respectivamente y P_m es la presión a la que se ha medido el flujo (presión atmosférica debido a las condiciones estándar de los caudalímetros).

A su vez, es posible calcular la permeabilidad al gas, k_g , teniendo en cuenta los cambios de densidad ($\rho_{g(up,dw)}$) y viscosidad (μ_g) del gas utilizado en los ensayos (en este caso nitrógeno) con las presiones de inyección y cola establecidas ($P_{(up,dw)}$) [4.5]:

$$k_g = \frac{\rho_{g(up,dw)} \cdot g}{\mu_g} \cdot k_{ig} \cdot k_{rg} \quad [4.5]$$

Como la desviación del gas nitrógeno con respecto a un gas ideal es despreciable en las condiciones de presión y temperatura de los ensayos (inferior al 0,05 %), se asume que el factor de compresibilidad (Z) es constante e igual a la unidad y, por lo tanto, se usa la ecuación de los gases ideales [4.6]:

$$\rho_g = \frac{M_g}{Z \cdot R \cdot T} \cdot P = c \cdot P \quad [4.6]$$

donde M_g es el peso molecular del gas, R es la constante universal de los gases y T la temperatura absoluta.

Se considera que la viscosidad del nitrógeno no cambia durante el ensayo porque este tiene lugar en condiciones constantes de temperatura. Sin embargo, la densidad del nitrógeno sí varía con el cambio de presión a lo largo de la trayectoria. Al considerarse el nitrógeno como un gas ideal [4.6], la densidad en cada uno de los extremos ($\rho_{g(up,dw)}$) se calcula a partir del producto entre la densidad del nitrógeno a la presión atmosférica ($\rho_0 = 1,25 \text{ kg/m}^3$) y la presión aplicada en el extremo en cuestión ($P_{(up,dw)}$) que según la ecuación de los gases ideales queda como [4.7]:

$$\rho_{g(up,dw)} = \rho_0 \cdot \frac{P_{(up,dw)}}{P_0} \quad [4.7]$$

donde P_0 es igual a la presión atmosférica. De esa manera, se calcula la densidad del nitrógeno en ambos extremos (entrada y salida) en función de la presión a la que estén cada uno de ellos. Esta aproximación asume que se establece un flujo estacionario, y que la masa de gas que sale por la muestra en el extremo con menor presión es igual a la masa de gas que entra en la muestra por el extremo con mayor presión. Este comportamiento ha sido comprobado en los primeros ensayos realizados, instalando caudalímetros a la entrada y a la salida de la celda triaxial.

Al establecer unas condiciones iniciales constantes en el ensayo, el flujo resultante es constante (al igual que en un ensayo de permeabilidad al agua). Al tratarse de un ensayo en el que se establece un flujo de gas constante y que las muestras no se encuentran totalmente saturadas, se va a verificar si tiene lugar el efecto Klinkenberg (apartado 2.3.2.1), ya que los valores de permeabilidad obtenidos son lo suficientemente altos (10^{-14} - 10^{-19} m^2) como para tener en cuenta la movilidad de las partículas de gas sobre la superficie del material. En el caso del permeámetro de carga variable no tiene sentido la corrección del efecto Klinkenberg ya que la diferencia entre la presión de inyección y cola es pequeña y el valor de presión media sería único para cada conjunto de condiciones calculadas.

4.2. Ensayos de *breakthrough* en bentonita

Los ensayos de *breakthrough* se han realizado en bentonita FEBEX completamente saturada, bien en muestras sin interfase (bloque cilíndrico único), bien en muestras con interfase (dos piezas semicilíndricas puestas en contacto longitudinalmente). Las muestras se colocan en el interior de una celda cilíndrica, hermética e indeformable (a las presiones empleadas), donde una línea de agua a presión controlada satura completamente la muestra. A continuación, la celda se conecta a un dispositivo experimental especialmente diseñado que permite medir, de forma continua, la presión en dos depósitos de volumen conocido: uno de salida, donde se hace el vacío, y otro de entrada que se presuriza progresivamente. La presión de *breakthrough* es aquella a partir de la cual se empieza a observar un aumento de presión en el depósito de salida. A partir de las diferencias de presión en ambos depósitos es posible también determinar la permeabilidad al gas. En el Anexo II se recoge el procedimiento publicado de este ensayo.

4.2.1. Preparación y montaje de las muestras

Para realizar los ensayos de *breakthrough* en muestras de bentonita saturada fue necesario el diseño y fabricación de celdas especiales de acero inoxidable. Estas celdas consisten en un cuerpo de acero cilíndrico de 100 mm de longitud y 38-50 mm de diámetro interno. Para confinar la muestra en el interior de la celda se añaden dos pistones provistos de juntas tóricas con sus respectivas tapas con rosca en ambos extremos. Las tapas tienen un orificio central a través del cual la celda se conecta al sistema de inyección/salida de gas mediante conectores de acero inoxidable (Figura 4.15).

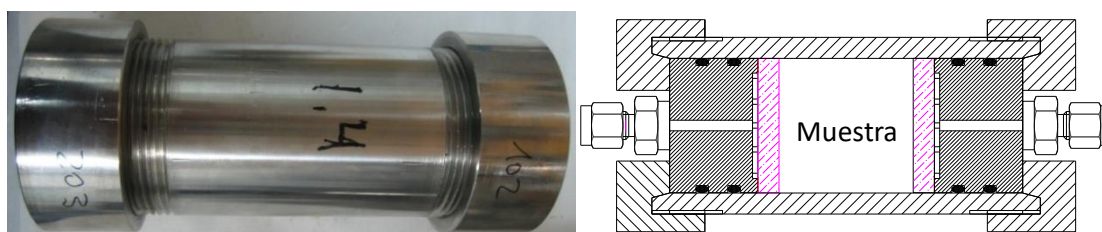


Figura 4.15. Imagen y esquema de la celda de acero utilizada en los ensayos de *breakthrough*.

En general la superficie interior de las celdas de acero es lisa excepto un caso, en el que se mecanizaron una serie de ranuras circulares con una separación entre ellos $<3,0$ mm para estudiar el efecto de la pared (Figura 4.16).



Figura 4.16. Aspecto de las ranuras concéntricas realizadas en una de las celdas de acero para ensayo *breakthrough*.

4.2.1.1. Bentonita sin interfase

El primer paso consiste en compactar la bentonita granular uniaxialmente en el interior de la celda de acero con su humedad higroscópica sin añadirle agua antes de la compactación. Se obtuvieron muestras cilíndricas de 38 o 50 mm de diámetro, de 20 o 50 mm de longitud, con densidades secas entre 1,30 y 1,80 g/cm³ para las que fueron necesarias aplicar presiones de compactación entre 7 y 12 MPa, respectivamente.

La muestra se sitúa en el centro de la celda y se añade, en cada uno de los extremos, un filtro de papel de 0,18 mm de espesor y cinco discos de geotextiles con una porosidad aproximada del 80 % (www.terram.com). Estos filtros proporcionan contacto entre la arcilla y el agua desionizada, permitiendo el paso de agua a través de ellos y ayudando a su reparto por toda la superficie. Sobre estos filtros se introduce el pistón y la tapa con rosca que ayuda a sellar y aislar la muestra.

4.2.1.2. Bentonita con interfase

Con este tipo de muestras se pretende simular las interfases existentes entre los bloques de bentonita que forman la barrera y que podrían actuar como camino preferente de paso de gas.

Las muestras de bentonita con interfase se prepararon por compactación uniaxial en el interior de la celda de acero y luego se extrajeron, se cortaron longitudinalmente y ambas secciones se volvieron a juntar y se introdujeron de nuevo en la celda (Figura 4.17). El proceso de cortado supone pérdida de muestra y consecuentemente, pérdida de densidad seca, lo que se controló pesando la muestra antes y después del corte.

1. Extracción de la muestra tras compactación



2. Trazado



3. Corte longitudinal



4. Ambas secciones



5. Resultado final



Figura 4.17. Pasos en la preparación de las muestras de bentonita con junta para los ensayos de breakthrough.

4.2.2. Equipo experimental

La celda de acero con la muestra de bentonita en el interior previamente saturada se conecta a un dispositivo especialmente diseñado para medir las presiones de *breakthrough*. Hay cuatro dispositivos independientes conectados en línea (Figura 4.18) y cada uno de ellos (Figura 4.19) consta de:

- a. Dos **depósitos** de acero inoxidable en cada uno de los extremos de la celda que alberga la muestra. Los cilindros de acero inoxidable de la casa SWAGELOK® tienen conexión en ambos extremos. Una de las líneas tiene dos depósitos de 50 cm³ de volumen y el resto son de 75 cm³ (Figura 4.18). Todos ellos aseguran un correcto funcionamiento hasta presiones de 34,4 MPa.
- b. Cada uno de los depósitos va equipado con un **sensor de presión** de la marca DRUCK, modelo PMP 4070 ($\pm 0,04$ % BSL). Los sensores situados a la entrada y salida tienen un valor de presión máxima de 13,5 y 7 MPa, respectivamente. En una de las líneas fue necesario cambiar el sensor de presión de entrada porque en alguna de las muestras se sobrepasó la presión máxima de 13,5 MPa soportada por el sensor. Para ello, se instalaron unos nuevos sensores de la misma marca, DRUCK, pero pertenecientes a la serie UNIK 5000 ($\pm 0,04$ % FS BSL) con un rango de presión entre 0-35 MPa. Para tener un registro continuo de la temperatura, en la superficie de cada uno de los depósitos se instala un sensor de temperatura (termopar).
- c. Cada uno de los dispositivos experimentales (Figura 4.19) se encuentra conectado al resto de elementos a través de tubos y válvulas herméticas al gas. Las válvulas utilizadas son de dos y tres vías y tienen una presión de servicio de 17,2 MPa.
- d. La presión de gas de la línea se regula mediante dos **controladores de presión** puestos en paralelo que soportan presiones de 19 a 34 MPa con un error combinado de $\pm 0,04$ % BSL. Estos han sido calibrados de fábrica para gas nitrógeno (gas usado en este tipo de ensayos) y a temperatura ambiente. Los controladores van conectados a su interfase de control la cual, a su vez, va unida a un ordenador central. Para evitar fluctuaciones en el flujo de gas, cada uno de ellos se alimenta con un **depósito** de 150 o 300 cm³ que soporta presiones de hasta 34,4 MPa. A su vez, estos se presurizan mediante un **multiplicador de presión** con un sensor que soporta presiones de hasta 34,5 MPa y, al que va conectado, un compresor y una línea de gas nitrógeno a 7 bar. Los tubos y válvulas que hacen de unión son más resistentes que los citados en el apartado anterior. En este caso, las válvulas soportan presiones de hasta 41,4 MPa.

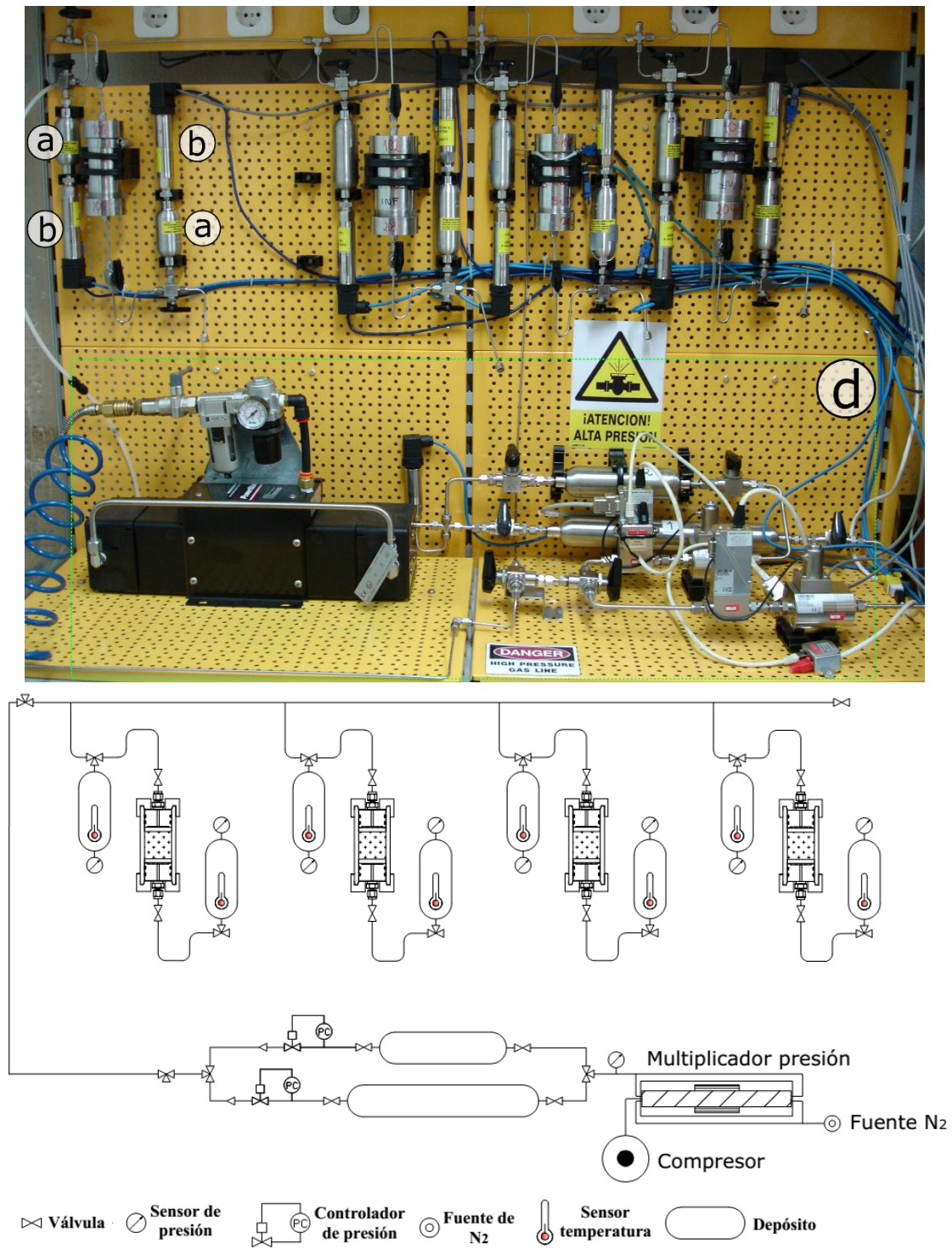


Figura 4.18. Equipo y representación esquemática del ensayo breakthrough.

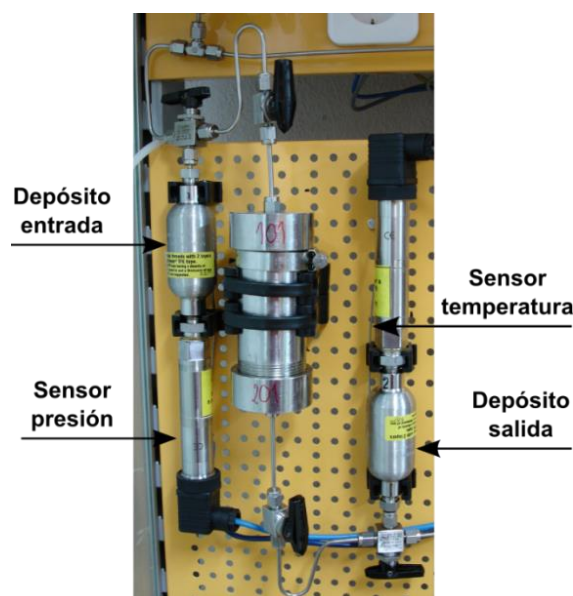


Figura 4.19. Dispositivo experimental donde se realizan las medidas de presión de breakthrough.

Los sensores de presión y temperatura van conectados a una fuente de alimentación y a un sistema de adquisición de datos donde se digitalizan las señales y se envían a un ordenador central en el que se registran y monitorizan los datos de los ensayos en funcionamiento. El programa usado en los primeros ensayos para el registro de datos fue “HP BenchLink Data Logger” y posteriormente se sustituyó por un programa expresamente diseñado bajo “LabView™ 2011”, que ofrecía una mejor adaptación a las necesidades del experimento (Figura 4.20).

El dispositivo experimental es capaz de aplicar presiones de hasta 13,5 MPa y de 35 MPa en la línea en la que se instalaron sensores de mayor rango. Se monitorizan las presiones y temperaturas en el depósito de entrada y salida de la muestra mediante los sensores conectados a estos, además de la presión atmosférica que permanece en un rango de 940 a 960 mbar.



Figura 4.20. Aspecto de la pantalla de control del software utilizado en los ensayos de breakthrough.

4.2.3. Procedimiento experimental

El procedimiento experimental consta de la preparación de las muestras, su saturación inicial (Fase 1), su conexión al equipo experimental para la medida de presión de *breakthrough* previamente explicado (Fase 2), su posterior resaturación (Fase 3) y su segunda conexión al equipo de *breakthrough* (Fase 4). Tras finalizar el ciclo de fases, se ha procedido a medir la permeabilidad al agua a través de las muestras, principalmente con interfase, con el fin de determinar si se produce su sellado.

Fase 1. Saturación

En esta fase se procede a saturar la bentonita con agua desionizada aplicando una presión de agua entre 200 y 1000 kPa dependiendo de la densidad seca de la muestra. La inyección de agua desionizada se realiza por ambos extremos para acelerar el proceso de saturación. Se supone que el aire atrapado en la muestra se disuelve con las presiones aplicadas. En algunos casos, una de las tomas de la muestra permaneció abierta a atmósfera al principio de la saturación para facilitar la expulsión de aire atrapado. Las muestras se conectan a un controlador de presión con el que se les aplica una presión de agua fija durante largos periodos de tiempo. Los controladores son de dos tipos: (1) controladores de volumen y presión (GDS) y, (2) controladores de presión de aceite y agua. Al tratarse de un controlador de aceite y agua, va conectado a un separador que, mediante una membrana elástica, transmite la presión del controlador, separando el agua inyectada en el controlador del agua desionizada utilizada para saturar las muestras (Figura 4.21).

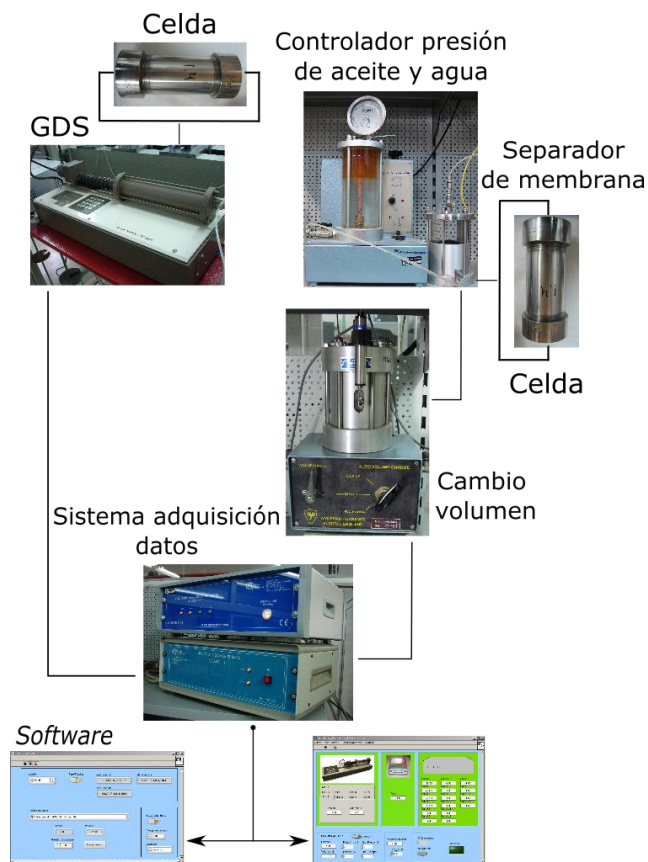


Figura 4.21. Instrumentación utilizada en la saturación de las muestras.

Las señales eléctricas producidas por los cambios de volumen se transmiten a un módulo de adquisición de datos encargado de traducir esa lectura y enviarla al ordenador. El control de la toma de datos se realiza mediante *softwares* específicos (Figura 4.21).

Finalmente, es necesario comprobar que la muestra ha alcanzado su completa saturación antes de pasar a la siguiente fase del ensayo. Para ello, se estima la humedad, la densidad seca y el grado de saturación a partir del agua tomada.

Fase 2. 1^{er} Ensayo de *breakthrough*

Con el fin de estudiar el tipo de transporte de gas en bentonitas compactadas y saturadas, se pueden emplear diversos procedimientos para la inyección de gas en las muestras: (1) por incremento gradual y continuo de la presión y, (2) por escalones mantenidos durante períodos de menor a mayor duración. El procedimiento escogido para el conjunto de muestras analizadas es el de escalones mantenidos por periodos iguales y de corta duración, para un mejor ajuste de la presión de *breakthrough*, aun sabiendo que son esperados largos periodos hasta alcanzarla y poder establecer un flujo de gas a través de las muestras.

Una vez que las muestras están completamente saturadas, se desconectan del equipo de saturación y se comprueba la masa y dimensiones de la muestra para obtener de esa manera la cantidad de agua tomada y si se ha producido algún cambio en la longitud de la muestra y, por tanto, en la densidad seca. Se reemplazan los filtros de papel por unos nuevos secos, y los geotextiles se cambian por piedras porosas o filtros metálicos sinterizados.

Tras el cambio de filtros, las celdas se cierran y conectan al equipo experimental descrito en el apartado 4.2.2. Antes de comenzar el ensayo se comprueba la estanqueidad del sistema durante un mínimo de 24 h aplicando presiones entre 900 y 1 kPa. Tras comprobar que no hay fugas, se procede a iniciar el ensayo a una presión de inyección de 400 kPa en el depósito de entrada, que se encuentra conectado a la parte superior de la muestra mientras que en el depósito de salida (ubicado en la parte inferior de la muestra) se hace el vacío. El sistema se deja estabilizar durante unas horas y, a continuación, se abren las llaves y da comienzo el ensayo. Si durante las siguientes 24 h no se registra ningún cambio en ninguno de los dos depósitos, la presión de inyección se aumenta en 200 kPa en el depósito de entrada y se mantiene durante 24 h, y así sucesivamente. Este proceso se repite hasta que el gas comienza a fluir a través de la muestra produciendo un descenso en el valor de presión en el depósito de entrada y un aumento en el valor de presión del depósito de salida. El paso de flujo se mantiene hasta que los valores de presión en ambos depósitos se estabilizan.

Alcanzado este punto, si se desea comprobar el estado de la muestra y si ha habido diferencias en su resistencia al paso de gas, se desciende la presión en el depósito de salida con la misma pauta inicial, 200 kPa cada 24 h, hasta que se vuelve a detectar flujo. Hay que recordar que en este tipo de ensayos tras producirse el *breakthrough*, no hay más aporte de gas ni agua al sistema. Si tras descender la presión del depósito de salida a 1 kPa no se ha producido flujo se procede a aumentar la presión en el depósito de entrada. Tras producirse el nuevo *breakthrough*, otra vez se deja estabilizar la presión en ambos depósitos (Figura 4.22). En alguno de los casos este procedimiento se repite otra vez para la obtención de un tercer valor de *breakthrough*.

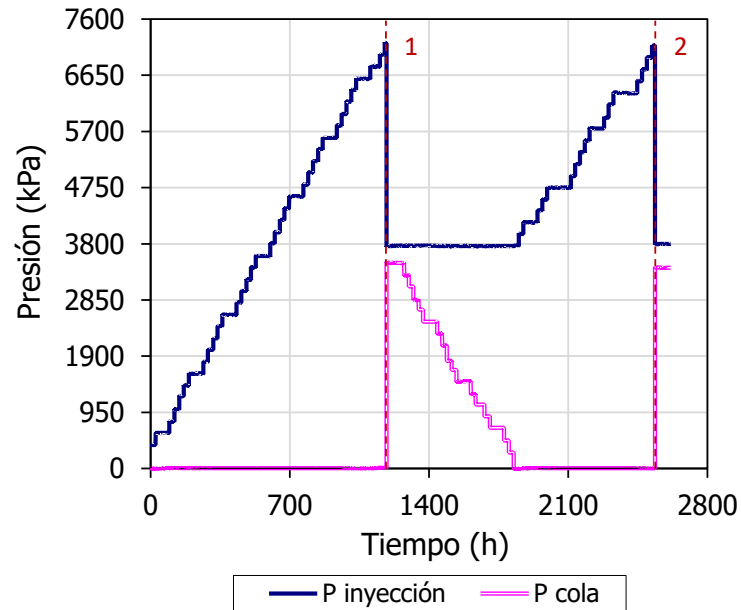


Figura 4.22. Ejemplo de la evolución de la presión en los depósitos de entrada (inyección) y salida (cola) de un ensayo de breakthrough. Las líneas de puntos verticales marcan el momento en el que se producen los episodios de breakthrough.

El tiempo requerido para completar esta Fase 2 o “ensayo de *breakthrough*”, depende de las características de la muestra a estudio. La sala en la que tienen lugar estos ensayos se mantiene a temperatura constante, en torno a 21 °C.

Así mismo, la estabilización de presión tras producirse el *breakthrough* puede ser inmediato (Figura 4.22) o muy lento (Figura 4.23). En este último caso es posible calcular la permeabilidad de la muestra que se explica más adelante en el apartado 4.2.4.

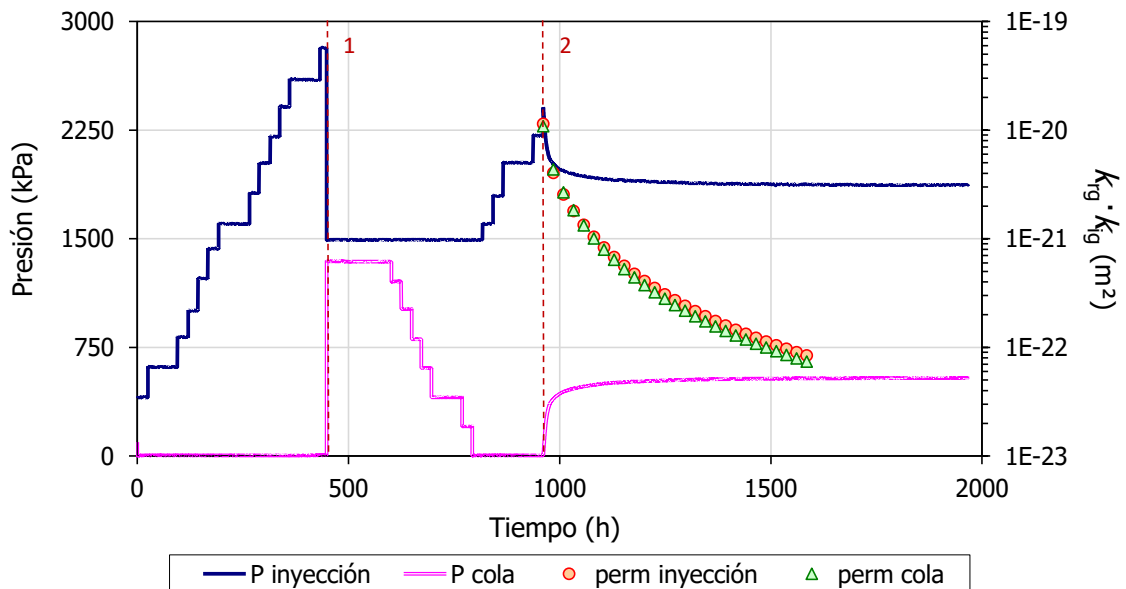


Figura 4.23. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida y las permeabilidades calculadas en dichos depósitos durante la estabilización del segundo episodio de breakthrough.

Fase 3. Resaturación

Tras el cese de flujo a través de la muestra, se procede a desconectar la celda del sistema de medida. Antes de su retirada, se comprueban las tuberías en busca de agua a través de un matraz aforado que es pesado antes y después de vaciar los conductos de gas (Figura 4.24, izquierda). A continuación, sin extraer la muestra de la celda para evitar cualquier tipo de perturbación, se comprueba de manera indirecta la masa y la altura de la muestra (Figura 4.24, derecha), se reemplazan los filtros por unos nuevos (filtros de papel y geotextiles secos en ambos extremos) y se conecta al sistema de saturación por segunda vez. Se vuelve a saturar para restablecer las condiciones iniciales del ensayo. Es decir, durante las fases de saturación se utilizaron geotextiles por su mayor facilidad de extracción al final del proceso, mientras que en las fases de ensayo de gas se utilizaron piedras porosas o filtros metálicos sinterizados secos. Como se verá en el apartado 5.2, el uso de geotextiles permitió cierta deformación de las muestras durante la saturación.

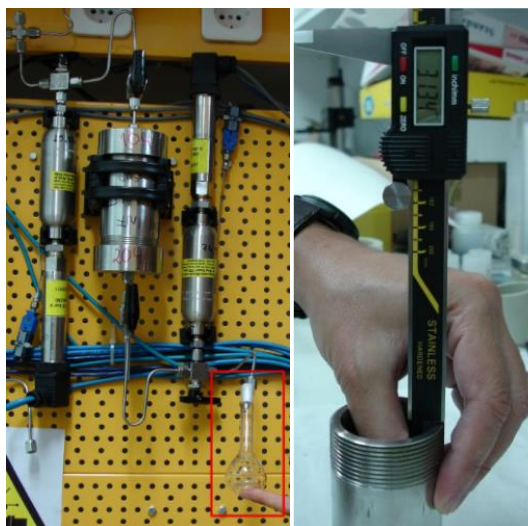


Figura 4.24. Matraz aforado colocado en la tubería de salida de la muestra tras finalizar el ensayo de *breakthrough* para comprobar si hay agua en el conducto (izquierda). Medida de la altura de la muestra de manera indirecta mediante un calibre (derecha).

Fase 4. 2º Ensayo de *breakthrough*

Tras la resaturación de las celdas se vuelven a llevar al “ensayo de *breakthrough*” con el mismo procedimiento descrito en la Fase 2.

Finalizado el ensayo, se procede a extraer la muestra de la celda y a determinar sus dimensiones, masa y humedad por secado en estufa. En algunas de las muestras se han realizado las determinaciones post mortem explicadas en el apartado 4.5.

Medida de la permeabilidad al agua

Con el objetivo de determinar si se produce el perfecto sellado de las muestras con junta (previamente saturadas) compuestas por dos secciones longitudinales de bentonita FEBEX previamente compactadas, se han realizado ensayos específicos de permeabilidad al agua.

El método consiste en aplicar una carga hidráulica (ΔP) entre la parte superior e inferior de una muestra (de dimensiones fijas y conocidas, superficie: A , altura: L) previamente saturada. Al mismo tiempo, se mide el flujo de agua que atraviesa la probeta en función del tiempo ($\Delta V/\Delta t$). Con estos parámetros se calcula la permeabilidad al agua, k_w (m/s), aplicando la ley de Darcy sobre flujo en medios porosos [4.8]:

$$k_w = \frac{\Delta V \cdot L}{A \cdot \Delta t \cdot \Delta P} \quad [4.8]$$

La permeabilidad intrínseca (k_{iw} , m²) se calcula a partir de la permeabilidad al agua en muestras saturadas a partir de la siguiente expresión [4.9]:

$$k_{iw} = \frac{k_w \cdot \mu_w}{\rho_w \cdot g} \quad [4.9]$$

donde μ_w es la viscosidad dinámica del agua ($1 \cdot 10^{-3}$ Pa·s), ρ_w es la densidad del agua ($1,00$ g/cm³) y g la gravedad ($9,8$ m/s²).

Para ello, a las celdas de acero que albergan la muestra se les aplica una carga hidráulica que consiste en conectar el extremo de entrada a un controlador de presión de aceite y agua a una presión entre 1,4-0,9 MPa, y el de salida a un controlador de volumen y presión (GDS) con el que se aplica una presión más baja entre 0,8-0,6 MPa (dependiendo de la densidad seca de la muestra). De esta manera se obtiene un gradiente de presión de agua en el interior de la muestra que produce un flujo de agua que se mide mediante el controlador de volumen y presión (GDS) colocado a la salida (Figura 4.25). Se registra el paso de agua con respecto al tiempo, que varía en función de las características de cada una de las muestras. El ensayo se da por finalizado cuando se alcanza un caudal constante de agua durante un periodo de tiempo significativo. Si no se observa flujo de agua sería necesario incrementar la carga hidráulica mediante el aumento de la presión de inyección.

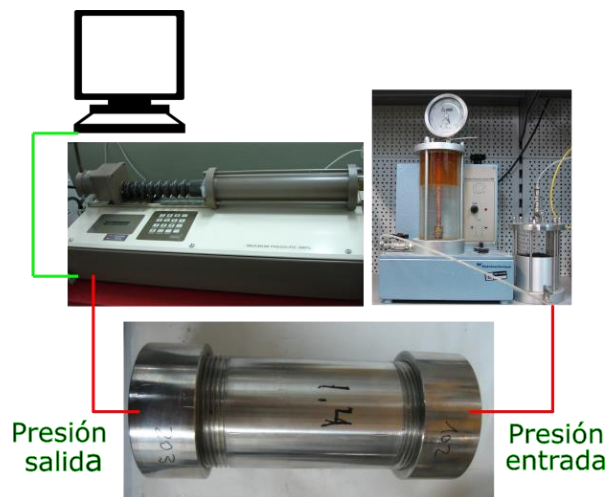


Figura 4.25. Ensayo de permeabilidad al agua en muestras de bentonita FEBEX con junta.

4.2.4. Cálculo de la permeabilidad al gas

En los ensayos de *breakthrough* las muestras están en condiciones de saturación total, por lo que los poros se encuentran completamente obturados por la fase líquida. A bajas presiones, el mecanismo más aceptable para la migración del gas sería la difusión del gas disuelto en la fase acuosa aunque este es un procedimiento lento que no debe llegar a ser significativo para las duraciones de cada escalón de presión. A presiones mayores, el gas puede expulsar una proporción de agua intersticial en algunos poros (los de mayor tamaño), abriendo una trayectoria que permite su transporte a través de una pequeña fracción de porosidad abierta. Una vez establecido el flujo de gas, sería posible calcular una permeabilidad “aparente” de la fase gaseosa a partir de las ecuaciones que describen el transporte en fase gas en el modelo de flujo bifásico.

Aunque el objetivo de estos ensayos no es medir permeabilidades, es posible estimar el flujo de gas impuesto por el gradiente de presión existente entre ambos depósitos tras producirse un episodio de *breakthrough*. El flujo de gas se puede calcular a partir de la diferencia de presión que existe entre ambos extremos de la muestra en función del tiempo, como si de un permeámetro de carga variable se tratara.

En el transporte de gas nitrógeno a través de un medio saturado de agua se asume que: (1) ambas fases son inmiscibles, (2) la fase gaseosa es inerte y se comporta como un gas ideal y, (3) el resto de fases (acuosa y sólida) son incompresibles.

Para el cálculo de permeabilidad en estos ensayos se aplica la ecuación de Scheidegger (1974) [4.4] descrita en el apartado 4.1.4.2 con P_m igual a la presión media para un intervalo de tiempo determinado.

En los ensayos de *breakthrough* no se dispone de valores de flujo medidos directamente con caudalímetros como sucedía en los ensayos de permeabilidad al gas realizados en el permeámetro de carga fija, por lo que es necesario calcular el caudal (Q). Para ello, se ha determinado el caudal (Q), de entrada y de salida, en la muestra (Loosveldt, 2002) de manera indirecta a través de la siguiente ecuación [4.10]:

$$Q = V_v \cdot \left(\frac{\Delta \rho}{\rho} \right) \cdot \frac{1}{\Delta t} \quad [4.10]$$

donde V_v es el volumen del depósito de entrada o salida (los volúmenes nominales de los depósitos empleados son de 50 y 75 cm³), $\frac{\Delta \rho}{\rho}$ es la variación relativa en la densidad del gas, y Δt es el intervalo de tiempo en el cual tiene lugar dicha variación. Esta última se ha calculado en condiciones estacionarias, teniendo en cuenta que el flujo másico, en condiciones cuasi estacionarias, se mantiene constante sobre el rango de temperatura y presión en todo el sistema.

A partir de la ecuación de estado de los gases reales se obtiene la siguiente igualdad [4.11]:

$$\left(\frac{PV}{ZT}\right)_{MEDIDA} = \left(\frac{PV}{ZT}\right)_{STP} \quad [4.11]$$

donde P , T y V son las actuales condiciones de presión, temperatura y volumen, respectivamente. $Z(T, P)$ es el factor de compresibilidad que expresa la relación entre la densidad del gas ideal y la del gas real en idénticas condiciones de temperatura y presión. Los subíndices indican las condiciones de medida y condiciones estándar que son igual a $T=273,15$ K y $P=101,325$ kPa.

Al sustituir las densidades obtenidas en la ecuación de los gases reales [4.6], el factor de compresibilidad Z (en cualquier caso, próximo a 1), se cancela en la ecuación. Como el ensayo se considera isoterma, entonces [4.12]:

$$Q = V_v \cdot \left(\frac{\Delta P}{P_{av}}\right) \cdot \frac{1}{\Delta t} \quad [4.12]$$

donde ΔP es la variación en la presión y P_{av} es el valor medio de presión para el intervalo de tiempo considerado (Δt), tanto en el depósito de entrada (extremo superior de la muestra) como en el de salida (extremo inferior de la muestra). De esta manera es posible calcular el caudal a partir de la curva de presión medida en cada depósito.

Sustituyendo la ecuación [4.12] en la ecuación [4.4] de Scheidegger (1974) se llega a la ecuación [4.13] que permite obtener los valores de permeabilidad en los ensayos de *breakthrough*:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = [V_v]_{up,dw} \cdot \left(\frac{\Delta P}{P_{av}}\right)_{up,dw} \cdot \frac{1}{\Delta t} \cdot \frac{\mu_g \cdot L \cdot 2 \cdot P_m}{A \cdot (P_{av_{up}}^2 - P_{av_{dw}}^2)} \quad [4.13]$$

donde $k_{ig} \cdot k_{rg}$ es la permeabilidad efectiva en m^2 , A es el área superficial de la muestra, μ_g es la viscosidad dinámica del fluido, L es la longitud de la muestra y, $P_{av_{up}}$ y $P_{av_{dw}}$ son las presiones medias entre dos valores de presión consecutivos (tomados cada 10 min) en los depósitos de entrada y salida (aplicados a los extremos superior e inferior de la muestra, respectivamente) y P_m corresponde a la presión del caudal medido.

En los ensayos de *breakthrough*, P_m es igual a la presión media para el intervalo de tiempo determinado, P_{av} , quedando así la ecuación [4.13]:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = [V_v]_{up,dw} \cdot \left(\frac{\Delta P}{\Delta t}\right)_{up,dw} \cdot \frac{\mu_g \cdot L \cdot 2}{A \cdot (P_{av_{up}}^2 - P_{av_{dw}}^2)} \quad [4.14]$$

También es posible calcular la permeabilidad al gas mediante la ecuación [4.5] descrita en el apartado 4.1.4.2, k_g , teniendo en cuenta los cambios de: (1) densidad ($\rho_{g(up,dw)}$) con respecto a la presión aplicada ($P_{av(up,dw)}$) y (2) viscosidad (μ_g) del gas nitrógeno utilizado en los ensayos con las presiones de inyección y cola establecidas en ese momento.

La ecuación [4.14] ha sido la usada para el cálculo de permeabilidad con instantes de tiempo de 10 minutos (Δt_1) correspondiente a los sucesivos cambios de presión (ΔP). Se ha fijado un intervalo de muestreo lo suficientemente pequeño como para que la presión media calculada ($P_m = P_{av}$) se aproxime al comportamiento real de la presión. En la Figura 4.26 se observa que al aumentar el rango de tiempo de toma de datos, por ejemplo, a 20 minutos (Δt_2), la P_m se aleja de su trayectoria real.

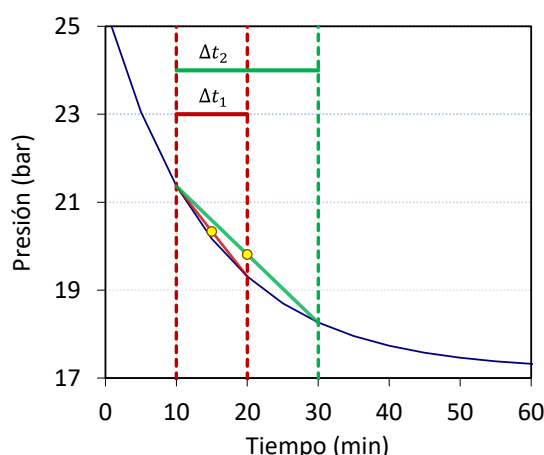


Figura 4.26. Presión media entre dos presiones tomadas en diferente periodo de tiempo. Para el periodo de tiempo más amplio, el valor de la presión media se encuentra más alejado de la trayectoria real.

En estos análisis se supone que el gas se comporta como un gas ideal y que el flujo es estacionario suponiendo que la caída de presión en uno de los depósitos es igual al aumento de la misma en el otro depósito.

El valor de permeabilidad medido en los ensayos de *breakthrough* representa la suma del valor de permeabilidad del material y de las contribuciones adicionales tales como, fracturas, sellados inefficientes entre la muestra y la pared de la celda, etc. Por lo tanto, el valor de permeabilidad medido podría ser mayor que el valor de permeabilidad real del material y, por ello, el dato más fiable de permeabilidad del material sería el valor menor de los obtenidos en el conjunto de ensayos.

En este tipo de ensayos no se ha realizado la corrección del efecto Klinkenberg porque se trata de muestras que están completamente saturadas y los valores de permeabilidad son muy bajos y el efecto despreciable (Wu *et al.*, 1998; Tanikawa y Shimamoto, 2006).

Tratamiento de datos

En los ensayos de *breakthrough* se recogen oscilaciones en los valores de presión registrados debido a: (1) los cambios en las condiciones del laboratorio y, (2) las incertidumbres inherentes a los sensores y al sistema de adquisición de datos (incluso si el aumento y descenso de la presión es constante). Esto último, da lugar a una dispersión en los valores de permeabilidad calculados, especialmente cuando los cambios de presión en los depósitos son muy lentos.

Para evitar este tipo de artefactos es aconsejable ajustar los datos de presión a una ecuación, a partir de la cual, se calcularán los valores de permeabilidad. Para ello, con el conjunto de valores de presión de inyección y cola en función del tiempo, obtenidos tras cada episodio de *breakthrough*, se busca el ajuste a una ecuación derivable, creciente o decreciente,

utilizando por ejemplo el programa informático TableCurve 2D v5.01. Este tipo de funciones son también la manera más apropiada de suavizar los datos en el tiempo. A su vez, pueden ser tratadas numérica o analíticamente, generando resultados más precisos (SYSTAT, 2002). Introduciendo la derivada de la ecuación obtenida en el ajuste se calculan, a través de la ecuación [4.13], los valores de permeabilidad para los momentos de tiempo más representativos.

Se han usado satisfactoriamente las siguientes ecuaciones para el ajuste de la evolución de presión de inyección y cola ($P_{(up,dw)}$, kPa) frente al tiempo (t , horas) son: (1) una ecuación monótona decreciente para la disminución de presión (depósito de entrada) [4.15] y su respectiva derivada [4.16], y (2) una ecuación monótona creciente para el aumento de presión (depósito de salida) [4.17] y su respectiva derivada [4.18].

$$P_{up}(t) = a + b \cdot \exp(-c \cdot t) + \frac{d}{1 + (d \cdot e) \cdot t} \quad [4.15]$$

$$P'_{up}(t) = -b \cdot c \cdot \exp(-c \cdot t) - \frac{e \cdot d^2}{(1 + d \cdot e \cdot t)^2} \quad [4.16]$$

$$P_{dw}(t) = a + b(1 - \exp(-c \cdot t)) + d \left(1 - \frac{1}{1 + (d \cdot e) \cdot t} \right) \quad [4.17]$$

$$P'_{dw}(t) = b \cdot c \cdot \exp(-c \cdot t) + \frac{e \cdot d^2}{(1 + d \cdot e \cdot t)^2} \quad [4.18]$$

donde a , b , c , d y e son parámetros de ajuste.

Sustituyendo el promedio $\left[\left(\frac{\Delta P}{\Delta T} \right)_{up,dw} \right]$ de la ecuación [4.14] por las derivadas de la presión respecto al tiempo obtenidas anteriormente se llega a la siguiente expresión:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = [V_v]_{up,dw} \cdot P'(t)_{up,dw} \cdot \frac{\mu_g \cdot L \cdot 2}{A \cdot (P(t)_{av_{up}}^2 - P(t)_{av_{dw}}^2)} \quad [4.19]$$

En el Anexo III se recogen el conjunto de parámetros obtenidos en el conjunto de muestras analizadas. En la Figura 4.27 se muestran los datos recogidos tras un episodio de *breakthrough* en una de las muestras estudio. Se muestra que las permeabilidades calculadas a partir de los datos de presión de inyección experimentales muestran una gran dispersión, mientras que aquellas calculadas a partir de la derivada de la ecuación [4.15] y [4.17] son más estables. Se observa también el cambio de comportamiento hasta alcanzar un valor estable de permeabilidad. La disminución inicial es compatible con procesos de transporte diferentes del flujo viscoso.

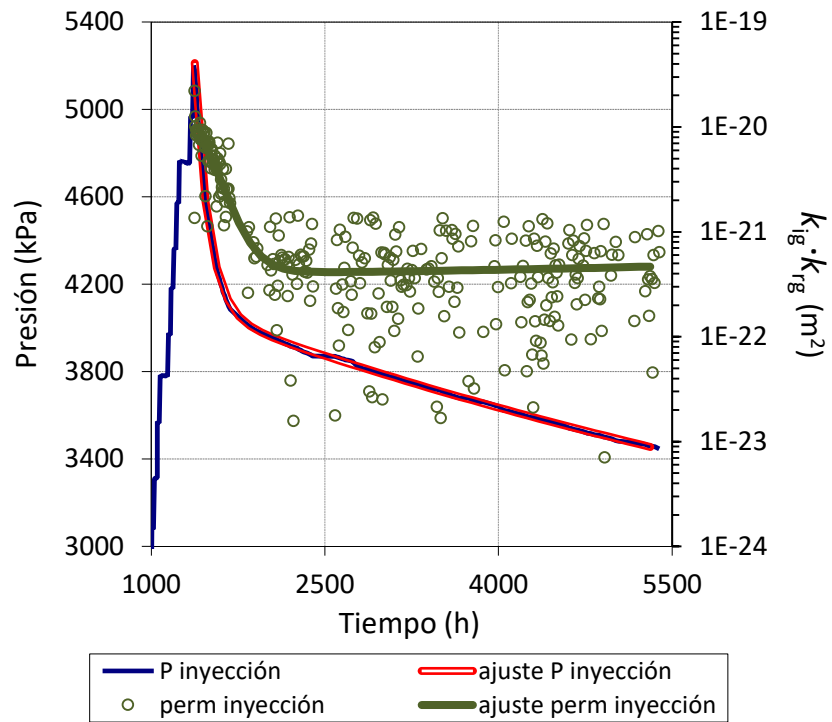


Figura 4.27. Disminución en las presiones de inyección (P_{up}) tras producirse un episodio de breakthrough, sus presiones de inyección (ajuste P_{up}) calculadas a partir de la derivada de la ecuación [4.16] y, las permeabilidades ($perm_{up}$) calculadas a partir de las presiones obtenidas experimentalmente y las calculadas a partir del ajuste (ajuste $perm_{up}$).

4.3. Ensayos de *breakthrough* en junta granito/bentonita

Con este tipo de muestras se pretende simular la interfase existente entre los bloques de bentonita que forman la barrera y la roca encajante granítica que podría actuar como camino preferente de paso de gas, considerando que la permeabilidad al gas del granito es igual a cero.

Inicialmente, en las dos muestras con interfase granito/bentonita FEBEX preparadas (GB3 y GB4), se intentaron realizar ensayos de *breakthrough* semejantes a los descritos en el apartado anterior (apartado 4.2). Tras varios intentos fallidos, ambas muestras se trasladaron a celdas triaxiales y, la primera de ellas (GB3), se conectó a un equipo especialmente diseñado para llevar a cabo ensayos de *breakthrough* en este tipo de celdas. En el caso de la muestra GB4, se conectó directamente a la línea de baja presión del permeámetro de carga fija descrito en el apartado 4.1.2.2.

4.3.1. Preparación y montaje de la muestra

Las secciones de granito y bentonita se preparan inicialmente por separado. El granito se extrae mecánicamente de un bloque procedente del laboratorio subterráneo de Grimsel por perforación mediante una corona de diamante de 5,6 cm de diámetro acoplada a un taladro refrigerado. Tras la obtención del testigo de granito del diámetro deseado (5,0 cm) se corta de manera transversal obteniéndose así una muestra de 5,0 cm de altura. Seguidamente, se parte longitudinalmente mediante un equipo para ensayo Brasileño de rocas. Para ello se introduce el testigo en el interior de un soporte metálico colocado en una prensa mecánica y al accionar la prensa el testigo de granito se fractura longitudinalmente (Figura 4.28).

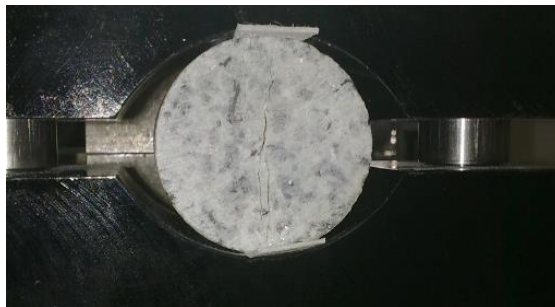


Figura 4.28. Equipo para ensayo Brasileño de rocas utilizado para el corte longitudinal de probetas de granito.

La sección de bentonita FEBEX se prepara de la misma manera que se preparan las juntas de bentonita/bentonita (apartado 4.2.1.2). En este caso una de las secciones se desecha y la otra se pone en contacto con la sección de granito para obtener así la muestra de granito/bentonita (Figura 4.29a). A continuación, se le añaden dos filtros de papel y dos piedras porosas en ambos extremos (Figura 4.29a) y se enfunda en dos camisas de látex con grasa de vacío entre ambas (Figura 4.29b); finalmente se introduce en la celda triaxial (Figura 4.29c,d).

Inicialmente se usaron las celdas de acero utilizadas en los ensayos de *breakthrough* (Figura 4.15) para saturar las muestras y realizar el propio ensayo, pero tras comprobar que la

muestra no se adaptaba lo suficientemente bien a la celda, se decidió usar celdas triaxiales con paredes de metacrilato.

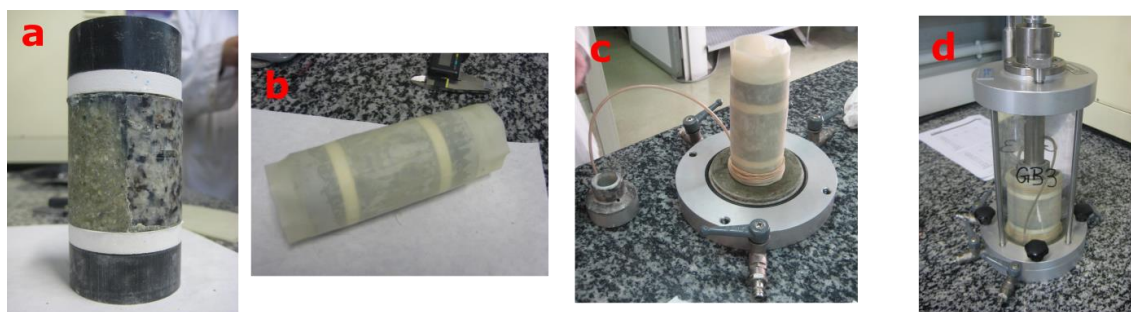


Figura 4.29. Etapas del proceso de montaje (a-d) en muestra con junta granito/bentonita FEBEX en celda triaxial.

4.3.2. Equipo experimental

Para realizar el ensayo de *breakthrough* en celda triaxial se ha utilizado un dispositivo muy semejante al descrito en el apartado 4.2.2 y viene compuesto por (Figura 4.30):

- Dos depósitos de acero inoxidable situados a la entrada (inyección) y salida (cola) de la celda triaxial. Los cilindros son de las mismas características que los descritos en el apartado 4.2.2 con un volumen de 150 cm³. Todos ellos aseguran un correcto funcionamiento hasta presiones de 34,4 MPa.
- La presión confinante se aplica mediante un depósito de acero inoxidable de 50 cm³ de volumen conectado a un separador de membrana que transmite la presión de gas nitrógeno impuesta en uno de los depósitos a la celda triaxial a través del segundo depósito relleno de agua desionizada.
- Cada uno de los depósitos va equipado con un sensor de presión con un valor de presión máxima de 1 MPa y un error combinado de $\pm 0,25$ % BSL.
- Los componentes están conectados al resto a través de tubos, válvulas y enchufes rápidos herméticos al gas.

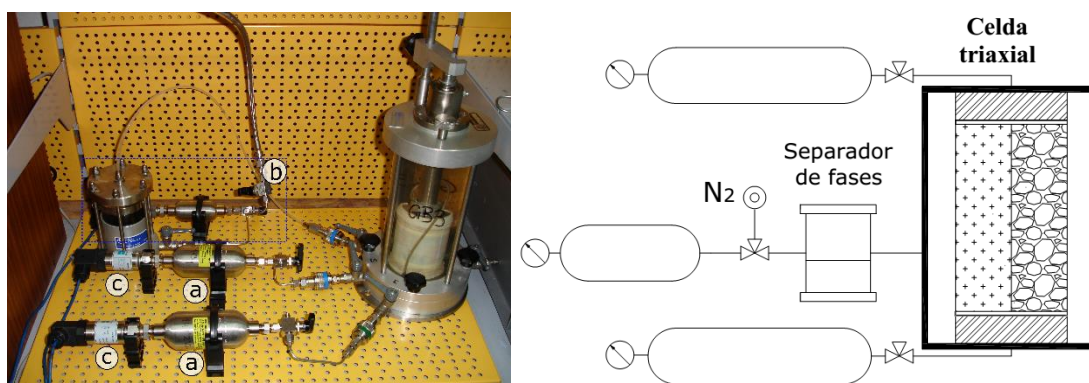


Figura 4.30. Celda triaxial conectada al sistema para medir valores de presión de breakthrough en muestras con junta granito/bentonita FEBEX.

El sistema de alimentación y de adquisición de datos es semejante al del equipo experimental utilizado en los ensayos de *breakthrough* en celda de acero (apartado 4.2.2).

4.3.3. Procedimiento experimental

El procedimiento se inicia saturando las muestras con junta granito/bentonita FEBEX (GB3 y GB4) para posteriormente conectarlas a los equipos experimentales.

Inicialmente se saturaron en el interior de las celdas de acero. Tras su traspaso a las celdas triaxiales, los extremos de entrada y salida de la celda triaxial se conectaron a una bomba con la que se aplicó una presión de agua de 600 kPa. La presión confinante se fijó en 1500 kPa para evitar el hinchamiento y deformación de la bentonita. De esta manera se aseguró que la muestra permanecía saturada tras su traspaso a la celda triaxial.

Inicialmente se intentó realizar el ensayo de *breakthrough* en muestras de junta/bentonita FEBEX en el interior de las celdas de acero (Figura 4.31). Las muestras se saturaron en el interior de las celdas al igual que se hace en la **Fase 1** (apartado 4.2.3). Tras la saturación, las celdas se trasladaron al sistema de ensayo de *breakthrough* siguiendo el mismo procedimiento que el descrito en la **Fase 2** (apartado 4.2.3). Tras varios intentos fallidos se decidió trasladar las muestras a celdas triaxiales en las que se aplicara una presión confinante.

Una vez trasladadas y vueltas a saturar, la muestra GB3 se conectó al sistema de medida de presión de *breakthrough* especialmente diseñado para celdas triaxiales (Figura 4.30), con el previo cambio de filtros. En este ensayo se mantuvo la presión confinante a 1500 kPa, y tras comprobar la estanqueidad del sistema, se aplicó una presión de gas inicial de 200 kPa en el depósito de entrada mientras en el depósito de salida se hizo el vacío. Transcurridas 24 h sin cambios, se aumentó 100 kPa en el depósito de entrada y así sucesivamente hasta alcanzar la presión de *breakthrough*. Tras producirse el *breakthrough* y la estabilización en la presión de ambos depósitos, se volvió a aumentar la diferencia de presión entre ambos extremos, disminuyendo progresivamente la presión en 100 kPa cada 24 h en el depósito de salida y, una vez alcanzado un valor mínimo de 10 kPa aproximadamente, se aumentó la presión en el depósito de entrada en 100 kPa/día.



Figura 4.31. Muestra con junta granito/bentonita FEBEX en el interior de una celda de acero antes de ser trasladada.

En el caso de la muestra GB4, tras su completa saturación en la celda triaxial, se conectó a la línea de baja presión del permeámetro de carga fija (apartado 4.1.2.2) para comprobar si el contacto entre ambos materiales es un paso preferente de gas. El procedimiento seguido fue semejante al de las muestras de MX-80 explicado en el apartado 4.1.3.2 (Figura 4.14). Como en este caso las presiones máximas de confinamiento e inyección aplicadas fueron superiores, de 3000 y 2600 kPa, respectivamente, se reforzó la celda con bridas de acero a su alrededor (Figura 4.32, izquierda).

Tras iniciarse el ensayo en la muestra GB4, se instaló una jeringuilla en la llave de salida de la celda para controlar si había pérdida de agua en el conducto de salida (Figura 4.32, derecha).

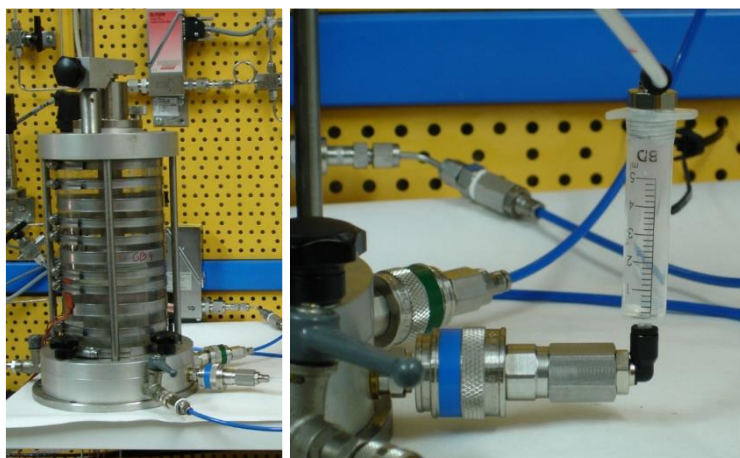


Figura 4.32. Celda triaxial con la muestra de granito/bentonita FEBEX a la que se le han añadido unas bridas de acero para hacerla más resistente (izquierda). Jeringuilla instalada en la llave de salida de la celda triaxial (derecha).

4.3.4. Cálculo de la permeabilidad al gas

El cálculo de la permeabilidad para los ensayos de *breakthrough*, realizados en la muestra GB3 conectada al equipo especialmente diseñado para medir presiones de *breakthrough* en celda triaxial (apartado 4.3.2), sigue el mismo procedimiento descrito en el apartado de cálculo 4.2.4.

En la muestra GB4, conectada a la línea de baja presión del permeámetro de carga fija, al disponer tanto de datos de presión como de flujo de gas, la permeabilidad se calcula mediante las ecuaciones descritas en el apartado 4.1.4.2.

En todo momento, el granito se considera impermeable al gas.

4.4. Ensayos de permeabilidad al gas en Opalinus

Se han realizado ensayos de permeabilidad al gas en muestras de arcilla Opalinus, formación escogida como almacén según el concepto suizo. Las muestras se han introducido en celdas de acero, capaces de soportar presiones más elevadas que las celdas triaxiales de metacrilato, y se han conectado tanto a las líneas de baja y alta presión del permeámetro de carga fija.

4.4.1. Preparación y montaje de las muestras

Las muestras de arcilla Opalinus se han extraído mediante perforación en seco de un testigo cilíndrico de un bloque procedente del laboratorio subterráneo situado en Mont Terri (Suiza). El proceso de extracción se realiza en sentido perpendicular a los planos de estratificación y resulta complicado porque las muestras se rompen con facilidad por dichos planos laminares de sedimentación. Los procedimientos exactos de extracción y montaje se han ido modificando y mejorando en el transcurso de la investigación para ir solucionando problemas encontrados.

Inicialmente la extracción se realizaba mediante coronas con diámetros de 44 y 51 mm acopladas a un taladro en columna. Una vez obtenida la muestra cilíndrica se enfundaba en una camisa de caucho retráctil al frío que se ajustaba perfectamente a la muestra y evitaba su rotura. A continuación, ambos extremos se mecanizaban en un torno para obtener unas superficies lisas y paralelas entre sí.

Posteriormente, las muestras se comenzaron a extraer con la corona de 51 mm y, en este caso, antes de añadir la camisa retráctil, se torneaban longitudinalmente y transversalmente para ajustarlas al tamaño exacto de diámetro de las piedras porosas y soportes de la celda (3,8 cm). Al principio, no se torneó toda la superficie de la muestra para no alterarla y, por tanto, se ajustaban las piedras porosas y soportes al tamaño de la muestra. Tras comprobar la dificultad que conllevaba torneear las piedras porosas (se rompen con mucha facilidad) con un tamaño original de 3,8 cm de diámetro se decidió, torneear y adaptar las muestras de arcilla Opalinus a ese tamaño (Figura 4.33a). La altura de las muestras se fijó en aproximadamente 2,0 cm.

El primer ensayo (Opalinus 1) se encamisó con caucho termo-retráctil pero ante la posibilidad de secar la muestra al tener que aplicar calor, en los siguientes ensayos se sustituyó por caucho retráctil en frío (Figura 4.33b).

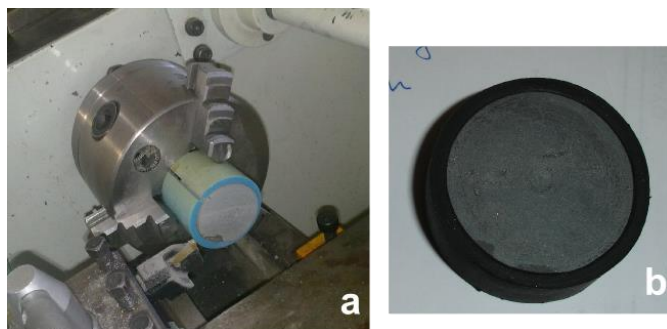
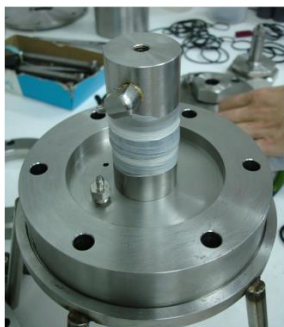


Figura 4.33. a) Una de las muestras de arcilla Opalinus en el torno y b) envuelta en una camisa de EPDM.

El proceso continúa con la colocación de los filtros de papel y piedras porosas en ambos extremos y todo ese conjunto se enfunda en una camisa exterior que puede ser de látex o retráctil. En muchos casos, además, antes de colocar la camisa de látex, la muestra se fija a los soportes de las celdas de acero mediante cinta americana y se recubre con parafilm para asegurar el contacto perfecto entre las diferentes piezas (Figura 4.34).

Celda triaxial de acero **Tipo 1**



Celda triaxial de acero **Tipo 2**



Figura 4.34. Preparación de muestras de arcilla *Opalinus* en los dos tipos de celdas utilizadas (tipo 1 y 2).

Las celdas de acero inoxidable utilizadas han sido de dos tipos:

- a. **Celda tipo 1:** celda de acero compuesta por un cilindro del mismo material, una base a la cual se fija el cilindro mediante tornillos y una tapa superior roscada. Este tipo de celda incluye dos soportes de acero entre los cuales va situada la muestra. El soporte inferior va sujeto a la base de la celda y el superior va unido a un tubo flexible de acero inoxidable adaptable a la altura de la muestra (Figura 4.35).

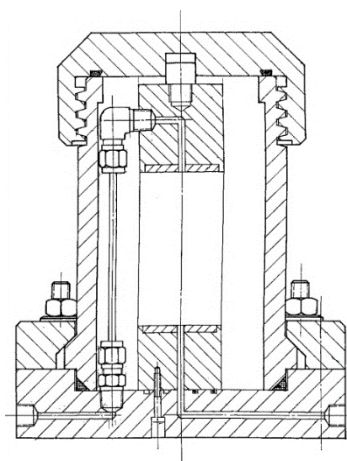


Figura 4.35. Esquema del diseño de la celda triaxial de tipo 1 y fotografía de la misma.

- b. **Celda tipo 2:** celda de acero que consta de un cilindro del mismo material que se ajusta mediante una serie de varillas exteriores. En este caso no tiene soportes donde colocar la muestra, y por lo tanto, es necesario colocar a ambos extremos de la muestra dos piezas de PVC que hagan de soportes (Figura 4.36). Los soportes se fijan en una pieza superior y en la base de la celda donde se encuentran las vías de entrada.

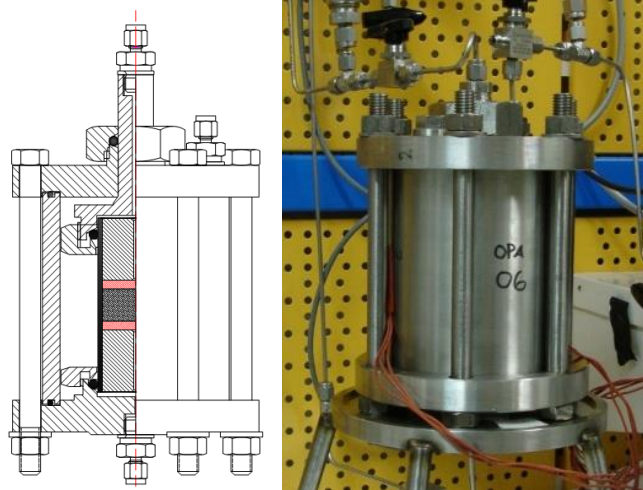


Figura 4.36. Esquema del diseño de la celda triaxial de tipo 2 y fotografía de la misma.

Ambas celdas tienen tres entradas, una de ellas conectada con la parte superior de la muestra (inyección), otra con la parte inferior (drenaje), y la última corresponde con la presión confinante. La celda de tipo 1 tiene las tres entradas en la base pero en la celda tipo 2, dos de las entradas se encuentran en la parte superior.

Las celdas de acero usadas para el confinamiento de las muestras de arcilla Opalinus permiten presiones teóricas de hasta 22 MPa, superiores a las celdas triaxiales con paredes de metacrilato.

4.4.2. Equipo experimental

El equipo experimental utilizado consiste en las líneas de baja y alta presión del permeámetro de carga fija descritas en el apartado 4.1.2.2 (Figura 4.37). Se desconectan los controladores de presión porque las presiones aplicadas en este tipo de muestras son superiores al rango de presión permitido dichos controladores.



Figura 4.37. Celdas de acero conectadas a las líneas de baja y alta presión del permeámetro de carga fija.

4.4.3. Procedimiento experimental

Una vez que la muestra se encuentra dentro de la celda de acero (Figura 4.35 y Figura 4.36) se rellena con agua desionizada y se presuriza a una presión confinante de 8 MPa en el permeámetro de carga fija. Se comienza aplicando una presión de inyección de 0,5 MPa en la parte superior de la muestra y, a continuación, esa presión de inyección se aumenta en 0,5 MPa cada 24 h hasta alcanzar un valor de 7 MPa. Se vuelve a aumentar la presión confinante hasta 15 MPa para poder continuar aumentando la presión de inyección hasta un máximo de 14 MPa. Por último, se vuelve a aumentar la presión confinante hasta 22 MPa (máximo valor permitido por la celda de acero) y la presión de inyección hasta 18 MPa. Todos los incrementos se realizan después de comprobar que no existe flujo.

El patrón exacto de aumento de las presiones confinante y de inyección varía en función de las necesidades de cada una de las muestras mientras evolucionaba el ensayo (Tabla 4.5 y Figura 4.38), aunque manteniendo siempre el valor de presión confinante por encima del valor de presión de inyección.

Tabla 4.5. Detalle de las características de cada uno de los ensayos realizados con la arcilla Opalinus.

Referencia	Tipo de celda ^(a)	Presión inyección ^(b) (MPa)	Presión confinante ^(b) (MPa)	Línea de gas para ensayo PG ^(c)	Saturación tras ensayo PG
OPA 1	1	18	19	LBP y LAP	No
OPA 2	2	7	8	LBP	No
OPA 3	1	18	19	LAP	Sí
OPA 4	2	18	19	LBP y LAP	Sí
OPA 5	2	5	8	LBP	No
OPA 6	2	14	16	LBP	No
OPA 7	2	12	15	LAP	No
OPA 8	2	17,5	22	LBP y LAP	No
OPA 9	2	13	20	LAP	No

^(a) Tipo de celda: celda de tipo 1 o celda de tipo 2.

^(b) Presión máxima alcanzada durante los ensayos de permeabilidad al gas.

^(c) Tipo de línea correspondiente al permeámetro de carga fija en el que se ha realizado el ensayo: línea de baja (LBP) y alta presión (LAP).

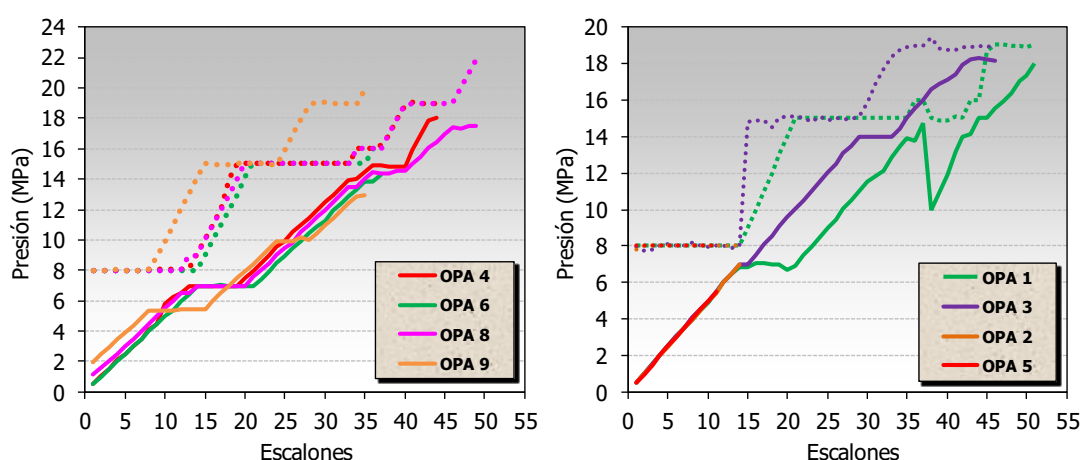


Figura 4.38. Escalones de presión seguidos durante los ensayos de permeabilidad al gas en el permeámetro de carga fija en muestras de arcilla Opalinus. La presión confinante viene representada por la línea de puntos y la presión de inyección por la línea continua.

Normalmente, en primer lugar, las celdas se conectaban a la línea de baja presión y, si no se detecta un flujo de gas significativo se conectaban a la línea de alta presión donde estaba instalado el caudalímetro de menor rango (procedimiento modificado según la disponibilidad de las líneas y demanda de las muestras).

Los flujos de gas detectados en el primer ensayo (OPA 1) estuvieron por debajo del error instrumental de los caudalímetros instalados por entonces y fue necesario la instalación de un nuevo caudalímetro de menor rango, sustituyendo el de mayor rango (20-1000 mL/min) por uno de 0,2-2 mL/min en la línea de alta presión. Por tanto, el límite inferior de error instrumental en la línea de alta presión pasó a ser de 0,04 mL/min mientras que, en la línea de baja presión, con el caudalímetro de menor rango de 0,2-10 mL/min, siguió siendo de 0,2 mL/min (Tabla 4.6).

Tabla 4.6. Características de las muestras al inicio y final del ensayo.

Referencia	Tipo celda	Fecha inicio	Línea presión	Caudalímetro ^a	Rango (mL/min)	Límite inferior error instrumental (mL/min)
OPA 1	1	Nov-11	Baja	MFM6	10	0,2
		Feb-12	Alta	MFM1	100	2
OPA 2	2	Abr-12	Baja	MFM6	10	0,2
OPA 3	1	Abr-12	Alta	MFM1	2	0,04
OPA 4	2	Jun-12	Baja	MFM6	10	0,2
		Ago-12	Alta	MFM1	2	0,04
OPA 4-sat	1	Mar-13	Alta	MFM1	2	0,04
OPA 5	2	Ago-12	Baja	MFM6	10	0,2
OPA 6	2	Nov-12	Baja	MFM6	10	0,2
OPA 7	2	Nov-12	Alta	MFM1	2	0,04
OPA 8	2	Mar-13	Baja	MFM6	10	0,2
		May-13	Alta	MFM1	2	0,04
OPA 9	2	Oct-13	Alta	MFM1	2	0,04

(a) Indicados en las figuras de las líneas de baja y alta presión.

Tras realizar el ensayo de permeabilidad al gas se saturaron con agua desionizada dos muestras de arcilla Opalinus, en concreto *Opa 03* y *Opa 04*. La saturación se realizó en la propia celda de acero conectando un controlador de volumen y presión (GDS) a los extremos de la muestra y este, a su vez, se comunicó con un módulo de adquisición de datos encargado de registrar los valores de cambio de volumen que tuvieron lugar durante el proceso de saturación. La presión confinante se mantuvo a 1,5 MPa mediante otro controlador de presión (Figura 4.39). La presión de agua aplicada en la parte inferior de la muestra fue de hasta 0,6 MPa mientras que la parte superior se dejó abierta a atmósfera. Transcurridos unos meses, se aumentó la presión de la parte inferior hasta 1,2 MPa y se aplicó una presión de agua en la parte superior de hasta 0,6 MPa.

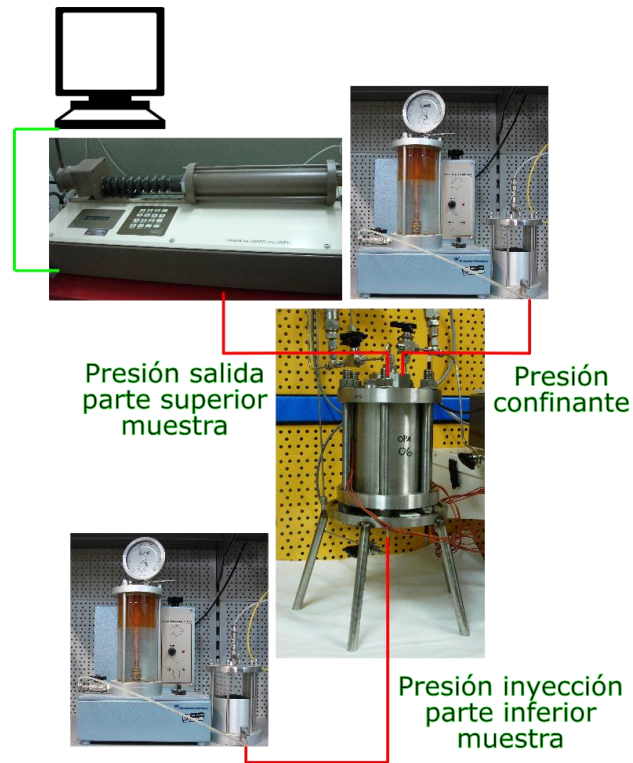


Figura 4.39. Instrumentación utilizada en la saturación de las muestras de arcilla Opalinus.

4.4.4. Cálculo de la permeabilidad al gas

El cálculo de la permeabilidad en las muestras de arcilla Opalinus, al estar conectadas a las líneas del permeámetro de carga fija y disponer, tanto de datos de presión como de flujo de gas, se realiza mediante las ecuaciones descritas en el apartado 4.1.4.2.

4.5. Desmontaje y análisis post mortem

Al finalizar los ensayos se procede a extraer las muestras de sus respectivas celdas para realizar una serie de determinaciones (humedad, densidad seca, etc.) y aplicar una serie de técnicas de análisis adicionales, como la porosimetría por intrusión de mercurio o difracción de rayos X. Con dichas técnicas analíticas se pretende obtener resultados complementarios sobre la microestructura y fábrica del material que ayuden a entender mejor los procesos de transporte de gas que tienen lugar durante los ensayos.

4.5.1. Desmontaje de ensayos

Al finalizar los ensayos se procede a extraer las muestras de las celdas, utilizando una prensa manual (Figura 4.40), para:

- a) Determinar las dimensiones y masa de la muestra para detectar cualquier cambio en el tamaño y la masa y, por tanto, en la humedad y densidad seca. Las dimensiones se miden con un calibre cuya precisión es de 0,01 mm.
- b) Determinación la humedad mediante UNE Standard 103-300-93. Esta norma consiste en calcular la humedad por diferencia de pesadas de la muestra antes y después de secada. Para el secado de la bentonita se introduce en una estufa durante 48 h a una temperatura de 110 °C. El valor de la humedad se define como la relación en porcentaje de la masa de agua frente a la masa de la muestra seca. Se considera que el error de esta determinación es del 0,1 %.
- c) Determinación de la densidad seca siguiendo la norma UNE 7045:1952. Esta norma consiste en determinar el volumen de la muestra por inmersión en mercurio. Por pesada se obtiene la masa del volumen desalojado por la muestra y conocido el peso específico del mercurio se calcula el volumen de la muestra. A continuación, la muestra se seca en estufa durante 48 h a 110 °C para obtener su masa seca y, de aquí, su densidad seca, que es el cociente entre la masa seca y el volumen obtenido antes del secado. Esas mismas muestras permiten valores de humedad por duplicado. Se considera que el error de esta determinación tiene un máximo de 0,02 g/cm³.

En las muestras de bentonita correspondientes a los ensayos de *breakthrough*, dependiendo de la altura, 5,0 y 2,0 cm, se trocean en tres o dos secciones transversales, respectivamente. De cada una de esas secciones, se realizan cuatro cortes longitudinales abarcando el entorno exterior de la muestra para obtener la humedad de la parte externa e interna. En total, las submuestras obtenidas por cada sección transversal son: (1) una porción interna, con la que se pretende ver un cambio en la humedad y/o densidad seca entre el extremo superior e inferior de la muestra, y (2) cuatro externas, con las que se pretende ver un cambio en la humedad y/o densidad seca entre la zona interior y exterior de la muestra (Figura 4.41). Estas variaciones podrían ser indicio de flujo preferente a lo largo de las paredes de la celda. A su vez, en algunas muestras, también se extraen dos pequeñas porciones para realizar porosimetría por intrusión de mercurio y difracción de rayos X.



Figura 4.40. Extracción de la muestra de la celda mediante la prensa manual.

1. Marcaje muestra



2. Corte de la muestra en secciones

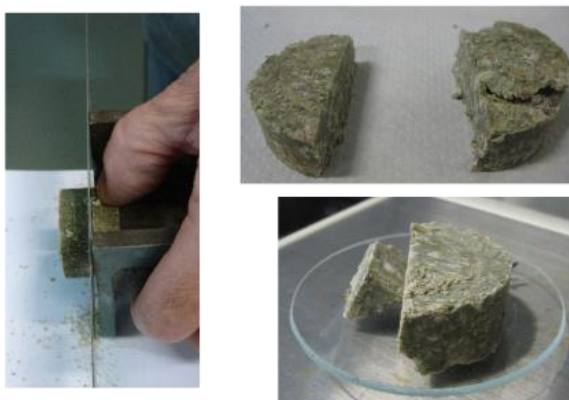


Figura 4.41. Marcaje y corte de la muestra en diferentes secciones para, a continuación, determinar la humedad y la densidad seca mediante inmersión en mercurio.

- d) Observar con una lupa binocular porciones de muestras para ver con mayor detalle si existen imperfecciones o defectos en la superficie que puedan ayudar a la interpretación final. La lupa utilizada ha sido una NIKON SMZ1500 con una cámara acoplada NIKON Coolpix 4500 con la que se realizan las fotografías pertinentes.

La Tabla 4.7 resume cada uno de las determinaciones y técnicas que se han realizado en los análisis post mortem.

Tabla 4.7. Medidas directas, determinaciones y técnicas realizadas post mórtem para cada tipo de muestra según el ensayo al que ha sido sometida.

Tipo Muestra	Ensayo realizado	Medidas directas (dimensión y peso)	Humedad, w (%)	Densidad seca mediante inmersión en Hg	Porosimetría	DRX	Lupa binocular
FEBEX	Permeabilidad al gas	Sí	Sí	No	No	No	No
MX-80			Sí Si $\rho_d \geq 1,6 \text{ g/cm}^3$ en 3 secciones	Sí Si $\rho_d \geq 1,6 \text{ g/cm}^3$ en 3 secciones	Sí (En alguna muestra)		
FEBEX	Breakthrough	Sí	Sí 3 ó 2 secciones dependiendo altura (5 ó 2 cm) / parte interna y externa	Sí 3 ó 2 secciones dependiendo altura (5 ó 2 cm) / parte interna y externa	Sí (En alguna muestra)	Sí (En alguna muestra)	No
Junta G/B	Breakthrough	Sí Ambas partes por separado	Sí En bentonita 3 secciones	Sí En bentonita 3 secciones	No	No	
Opalinus	Permeabilidad al gas	Sí	Sí OPA 4: 2 secciones OPA 6: toda muestra OPA 7: 3 secciones OPA 8: 3 secciones OPA 9: 3 secciones	Sí OPA 9: 3 secciones	Sí OPA 9	No	Sí
							OPA 1 y 9

La extracción de las muestras de arcilla Opalinus ha de realizarse cuidadosamente debido a la elevada posibilidad de romperse en lajas (Figura 4.42). Para cortar las diferentes secciones se utilizó una sierra de hilo de diamante. Ha resultado imposible realizar ciertas determinaciones debido a la alta fragilidad de este tipo de muestras.



Figura 4.42. Preparación de las muestras de arcilla Opalinus para determinar su humedad y densidad seca.

4.5.2. Porosimetría por intrusión de mercurio

La determinación de la distribución de tamaño de poros de algunas muestras se ha realizado mediante un porosímetro de intrusión de mercurio del Laboratorio de Petrofísica del CIEMAT, de la marca Micromeritics modelo AutoPore Serie IV 9500 (Figura 4.43). La medida en el porosímetro de mercurio (Normas ASTM D 4284-03 y 4404-84) se basa en la capilaridad generada por el mercurio, que no moja el sólido con el que está en contacto. El mercurio no penetra espontáneamente en los conductos capilares sino que precisa de la aplicación de una presión que es inversamente proporcional al diámetro (D) de los conductos o poros por los que intruye. Para el caso de los líquidos no humectantes como el mercurio, y para poros cilíndricos, este fenómeno se expresa según la ecuación de Washburn (Washburn, 1921) [4.20]:

$$D = \frac{-4\gamma\cos\theta}{P} \quad [4.20]$$

dónde P es la presión aplicada, D es el diámetro de poro, θ es el ángulo de contacto entre el sólido y el mercurio (ángulo de contacto de avance y retroceso en el proceso de medida que se ha tomado como 139°) y γ es la tensión superficial del mercurio (485 dinas/cm).



Figura 4.43. Porosímetro de inyección de Hg, Autopore IV-9500-Micromeritics.

Este tipo de porosímetro permite, mediante la intrusión forzada de mercurio a unas presiones de inyección máximas de 31900 psi (220 MPa), determinar la distribución de tamaño de poros de entre 0,007 y 360 μm de diámetro. Realiza dos medidas consecutivas, una medida a baja presión y otra a alta presión, hasta alcanzar la máxima proporcionada por el equipo y su consiguiente despresurización. Teóricamente en el rango de bajas presiones, hasta 50 psi (345 kPa), se intruyen poros con diámetros comprendidos entre 360 y 3,6 μm (macroporos), mientras que a alta presión (hasta 33000 psi (228 MPa) se incluyen los tamaños de poros comprendidos entre 6 y 0,007 μm (macro-mesoporos). Para dar el rango de tamaño de poro se ha utilizado la clasificación de la IUPAC (International Union of Pure

and Applied Chemistry) que, a su vez, adopta la clasificación de Sing *et al.* (1985) aceptada en la Norma ISO 15901-1:2005 (Tabla 4.8).

Tabla 4.8. Clasificación de tamaño de poros de Sing *et al.* (1985) adoptada por la IUPAC y aceptada en la Norma ISO 15901-1:2005.

Tamaño de poro	Diámetro
Macroporos	$D > 50 \text{ nm}$ (500 \AA)
Mesoporos	$50 > D > 2 \text{ nm}$ (20 \AA)
Microporos	$D < 2 \text{ nm}$ (20 \AA)

Dada la retracción que sufre la bentonita al perder su contenido en agua por secado convencional en estufa, las muestras se liofilizaron con el objetivo de eliminar el agua presente en los poros (sublimación), evitando la deformación de la estructura interna de la bentonita (retracción) durante el secado. Para ello, en primer lugar, se congela la muestra a -50°C durante 4 h y seguidamente, se traslada a una cámara de vacío a 0,2 mbar durante otras 24 h más. Por último, la bandeja donde se encuentran las muestras, se calienta a 35°C durante 3 h para movilizar el agua residual. Todo ello se ha llevado a cabo en el equipo LioQuest de Telstar. Tras ser liofilizadas se conservaron tapadas y selladas en un desecador hasta su análisis.

Durante el análisis en el equipo de porosimetría se realiza una evacuación del aire de los poros previamente a la inyección de mercurio, para lo cual se aplican 5 psia/min, con un límite de succión de 500 $\mu\text{m Hg}$ y un vacío máximo de 50 $\mu\text{m Hg}$. La presión creciente para cada ensayo se ha distribuido en 110 puntos de medida, comprendidos entre 0,36 y 31900 psi (0,0025-220 MPa), considerando los 30 psi (0,207 MPa) como la divisorio entre la alta y la baja presión. Para la presión decreciente se determinaron 57 puntos entre 31900 y 4,44 psi. La curva de intrusión/extrusión para cada muestra presenta un total de 167 puntos. Estos rangos de presión empleados permiten obtener valores de diámetro de poro entre 0,007 y 360 μm .

Para realizar las porosimetrías por intrusión de mercurio se han tomado fragmentos de cada una de las secciones de una muestra de bentonita entre 0,6-1,1 cm^3 .

Entre los parámetros obtenidos a partir del análisis mediante porosimetría de intrusión de mercurio, los de mayor interés para la interpretación de los datos en este estudio son:

(1) *Volumen total de intrusión (V_i)*: es el volumen total de mercurio introducido en la muestra durante el ensayo, medido en mL/g. Incluye el llenado interpartícula y los efectos de compresibilidad del material. Este parámetro por sí solo da una idea de la porosidad del material.

(2) *Diámetro medio de poro* (en función del volumen o del área): es el diámetro de poro (nm) que corresponde al valor medio del volumen específico de intrusión o al valor medio del área total de poros.

Los valores correspondientes a los numerosos parámetros que ofrece el análisis están referidos al volumen total de mercurio inyectado, lo que significa que, en materiales con una alta porosidad, este valor de volumen de mercurio inyectado será igual a la porosidad total del material. Sin embargo, en la bentonita no es posible acceder al total de la porosidad a través de este tipo de análisis, y solo se accede a aproximadamente el 50 % de la porosidad total disponible, puesto que un elevado porcentaje de poros son de tamaño inferior al límite de intrusión (7 nm) y otros pueden no estar interconectados.

Por lo tanto, en este tipo de muestras es necesario corregir el índice de poros calculado a partir de los parámetros que ofrece el análisis. Para ello, en primer lugar, se calcula el índice de poros aparente de la muestra (e^*) utilizando los parámetros que ofrece el análisis mediante la siguiente expresión [4.21]:

$$e^* = \gamma_s \cdot V_i \quad [4.21]$$

donde γ_s es el peso específico del material obtenido mediante el picnómetro de agua (2,70 para FEBEX, 2,72 para MX-80 y 2,71 g/cm³ para Opalinus) y V_i el volumen total intruido (mL/g).

A continuación se procede a calcular el índice de poros (e) a partir del peso específico (γ_s) del material obtenido mediante picnómetro y de la densidad seca determinada mediante inmersión en mercurio según la Norma UNE 7045 en un fragmento adyacente de muestra [4.22]:

$$e = \frac{\gamma_s - \gamma_d}{\gamma_d} \quad [4.22]$$

La comparación entre ambos índices de poros permite obtener el porcentaje de poros intruidos por mercurio y que, por tanto, son mayores de 7 nm y están interconectados (e_i) [2.11]:

$$e_i = \left(1 - \frac{(e - e^*)}{e} \right) \times 100 \quad [4.23]$$

4.5.3. Difracción de rayos X

La técnica ampliamente utilizada para caracterización de arcillas es la difracción de rayos X (DRX), con la que se puede determinar el espaciado basal de una especie con estructura laminar. El espaciado basal de una arcilla es la suma del espesor de una lámina (estructura T-O-T descrita en el apartado 2.1.1) y el espaciado interlaminar, donde se alojan los cationes interlaminares (Figura 4.44). Por tanto, la medida experimental del espaciado basal se calcula exclusivamente a partir de la medida experimental del espaciado basal $d(001)$ obtenido por DRX (con su correspondiente incertidumbre), o bien se estima a partir de consideraciones teóricas de los valores de interlámina más lámina esperables.

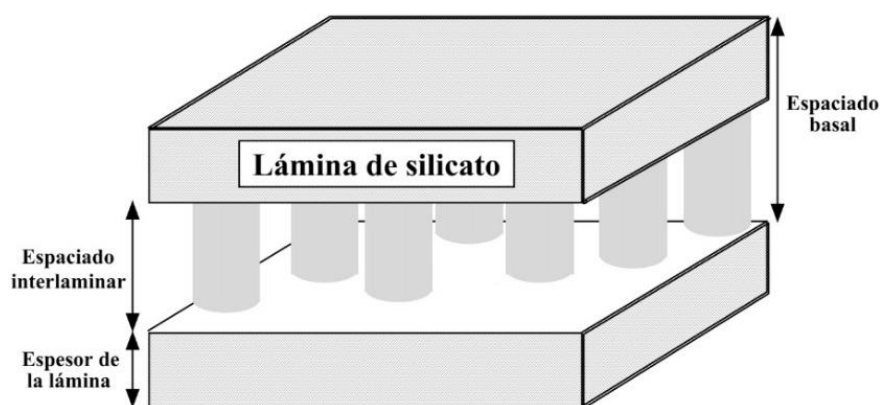


Figura 4.44. Representación esquemática de los espaciados de una arcilla (modificada de Gil, 2012).

Los minerales esmectíticos de los que están compuestos principalmente los materiales bentoníticos presentan una serie de capas de agua interlaminares responsables de su capacidad de hinchamiento. La difracción de rayos X se usa para identificar el espaciado interlaminar para los diferentes estados de hidratación que pueden presentar las esmectitas debido a su heterogeneidad estructural. Los espaciados basales registrados en este tipo de minerales son de 10, 12, 15,5 y 18,5 Å, en función de las capas de agua que contenga que van de 0, 1, 2 y 3, respectivamente y pueden variar ligeramente según el tipo de catión intercambiable (Cases *et al.*, 1992 y 1997; Ferrage *et al.*, 2005).

La técnica exige que la superficie expuesta al equipo de DRX de reflexión sea plana y, por ello, se extraen muestras con una superficie lo suficientemente plana como para que el aparato de medición recoja la señal difractada. Una vez cortada la muestra se envuelve en parafilm con la intención de evitar la pérdida de agua y, se toman las medidas lo antes posible tras retirar previamente el parafilm.

Los diagramas de difracción de rayos X (DRX) se han obtenido mediante un difractómetro PANalytical modelo X'PERT MPD de PHILIPS, por radiación $K\alpha$ del Cu con geometría convencional Bragg-Brentano. El goniómetro trabaja con configuración vertical θ - θ y con un diámetro de 200 mm. Esta configuración permite que la muestra permanezca estacionaria durante la toma de datos. El tubo cerámico de rayos X con ánodo de Cu y potencia máxima 2,2 kW trabaja a 40 kV (45 mA). Su análisis se ha llevado a cabo por comparación con la base de datos Powder Diffraction File (Faber y Fawcett, 2002).

Las condiciones instrumentales establecidas son: (1) las posiciones de inicio y final que son de 2 a 35° 2 θ , (2) óptica Bragg-Brentano θ - θ , (3) tubo con ánodo de Cu operando a 40 kV,

(4) tamaño de paso de $0,02^\circ$, (5) tiempo por paso de 1 s, (6) tamaño de la rendija de divergencia de $0,5^\circ$ y, (7) tamaño de la rendija de recepción de 0,1 mm.

Capítulo 5. Resultados y discusión

En el siguiente capítulo se va a proceder a enumerar y discutir el conjunto de resultados obtenidos en los diferentes ensayos realizados cuyas características se resumen en la Tabla 5.

El apartado **5.1** trata sobre la permeabilidad al gas en muestras de bentonita FEBEX y MX-80 no saturadas, para ver cómo afecta el grado de saturación de las muestras al transporte de gas, y si existen diferencias entre ambos tipos de bentonita.

El apartado **5.2** trata el proceso de *breakthrough* en muestras de bentonita FEBEX completamente saturadas, tema principal y más novedoso de esta tesis.

En el apartado **5.3** se analiza el comportamiento del transporte de gas a través de interfases presentes en un almacén (bentonita/bentonita y granito/bentonita).

El apartado **5.4** analiza el transporte de gas a través de la arcilla Opalinus.

Tabla 5.1. Principales características de cada uno de los ensayos realizados.

Ensayo	Muestra	Características iniciales			Celda	Equipo	Parámetros fijados	Condiciones de contorno mínima-máxima presión aplicada (kPa)	Parámetros medidos	Parámetros calculados
		Humedad (%)	Densidad seca (g/cm³)	Dimensiones (altura y diámetro, mm)						
Permeabilidad al gas (condiciones no saturadas)	FEDEX	Adición agua líquida 13,1-22,7	1,40-1,80	· Fija: 78, 38	Triaxial metacrilato	Permeámetro carga fija		· P inyección (100-1000) · P cola (atmósfera-800) · P confinante (600-1200) · Escalones (100-200)	· Flujo de gas (entrada/salida)	· Presión efectiva · Permeabilidad efectiva (m²) y al gas (m/s)
	MX-80	Adición agua líquida y vapor 8,4-21,2	1,39-1,82	· Fija: 78, 38		Permeámetro carga variable y fija	· Presión inyección · Presión cola · Presión confinante	· P inyección (150-1400) · P cola (atmósfera) · P confinante (600-1600) · Escalones (50-200)	· Presión (perm. variable) · Flujo de gas (salida, perm. fija)	
	Arcilla Opalinus	Humedad natural 4,5±1,8	2,31±0,04	· Fija: 20, 38	Triaxial acero	Permeámetro carga fija		· P inyección (500-18000) · P cola (atmósfera) · P confinante (8000-22000) · Escalones (500)	· Flujo de gas (salida)	
Breakthrough (condiciones saturadas)	· FEDEX · Junta FBX/ FBX	Adición agua líquida 24,6-39,0	1,30-1,80	· Altura: 20-50 · Diámetro: 38-50	Pequeña Acero	Ensayo <i>breakthrough</i> en celda pequeña de acero	· Presión inyección · Presión cola	· P inyección inicial (200-1300) · Escalones (200-1000) · Sentido inyección (entrada/salida)	--	· Presión <i>breakthrough</i> · Permeabilidad efectiva (m²) y al gas (m/s)
	Junta granito/ FBX	Adición agua líquida 31,2-37,9	1,34-2,78	· Fija: 50, 50	Triaxial metacrilato	Ensayo <i>breakthrough</i> en celda triaxial	· Pauta de aumento	· P inyección inicial (200) · Escalones (100)		
						Permeámetro de carga fija	· Presión inyección · Presión cola · Presión confinante	· P inyección (150-2600) · P cola (atmósfera) · P confinante (600-3000) · Escalones (100)	· Flujo de gas (salida)	· Presión efectiva · Permeabilidad efectiva (m²) y al gas (m/s)

5.1. Permeabilidad en muestras no saturadas

La permeabilidad al gas se ha medido en muestras de bentonita FEBEX y MX-80 compactadas con densidades comprendidas entre 1,40 y 1,80 g/cm³ con humedades entre 13,1 y 22,7 % para la bentonita FEBEX, y 1,39 y 1,82 g/cm³ con humedades entre 8,4 y 21,2 % para la MX-80.

Para conseguir las humedades superiores del rango se ha añadido agua a la muestra inicial, con su humedad higroscópica. En el método habitual, utilizado en ambos materiales, se mezcla el sólido con la cantidad necesaria de agua desionizada (fase líquida) y se deja equilibrar la mezcla. Sin embargo, con el objetivo de determinar si la velocidad y el modo de humectación afecta micro-estructuralmente al material y, en consecuencia, a su permeabilidad, se ha empleado un segundo método con la MX-80. En este caso, se impone al sólido la humedad relativa deseada (fase vapor) hasta estabilizar su masa, introduciéndolo en desecadores con soluciones de ácido sulfúrico de concentración conocida. Los dos métodos se diferencian en la forma de añadir el agua: localizada en fase líquida o distribuida en fase vapor.

Una vez que la bentonita presenta el valor de humedad deseado, las muestras se compactan uniaxialmente en el interior de un molde con unas dimensiones determinadas de 38 mm de diámetro y 78 mm de altura. A continuación, se enfundan en las camisas de látex e introducen en la celda triaxial y se llevan a los diferentes dispositivos para medir la permeabilidad al gas.

En primer lugar, la celda triaxial se conecta al permeámetro de carga variable en el cual el gas se inyecta por la parte inferior de la muestra mientras que la parte superior permanece abierta a atmósfera. El ensayo consiste en dejar salir el gas presurizado en el depósito a la atmósfera a través de la muestra mientras se registra la disminución de la presión en el depósito en función del tiempo. La permeabilidad efectiva se calcula a partir de los valores de presión decrecientes y el tiempo (apartado 4.1.4.1).

Como la presión de inyección aplicada por el permeámetro de carga variable es baja (203 kPa), no es posible la determinación de la permeabilidad en muestras con densidades secas y humedades altas ($\geq 1,70$ g/cm³ y $\geq 20,0$ %) y, por tanto, las muestras con una densidad seca $\geq 1,60$ g/cm³ y una humedad $\geq 16,0$ % se trasladan, tras el ensayo en el permeámetro de carga variable, al permeámetro de carga fija.

En el permeámetro de carga fija, a diferencia del anterior, la inyección de gas se realiza por la parte superior de la muestra. Se diseñó con la intención de trabajar a una carga neumática fija permitiendo el cambio del valor de la carga a la que la muestra se encuentra sometida. Dicho sistema permite el control de la presión confinante, de inyección y cola, por lo que sirve para analizar cómo afectan las condiciones de contorno a la permeabilidad de la muestra. A su vez, mediante los caudalímetros, permite tomar medidas de flujo de gas. La permeabilidad efectiva se calcula teniendo en cuenta el flujo de gas y las presiones aplicadas (apartado 4.1.4.2).

Las presiones de inyección y confinante más elevadas aplicadas han sido de 1400 y 1600 kPa, respectivamente. Se ha seguido una pauta de aumento y descenso gradual en

escalones de 100 y 200 kPa de las presiones de inyección y confinante, respectivamente, con una diferencia de presión mínima de 200 kPa entre ambas (apartado 4.1.3.2).

Tras la extracción de la muestra de la celda triaxial se procede a calcular la humedad final además de tomar las medidas necesarias para el cálculo del resto de parámetros de interés. En aquellas muestras con una densidad seca $\geq 1,6 \text{ g/cm}^3$ se ha determinado la humedad y calculado la densidad seca en tres secciones transversales a la muestra (superior, media e inferior, Figura 5.).



Figura 5.1. Vista lateral de la muestra PGMX1,5_12 tras su extracción de la celda triaxial durante el desmontaje.

En los dos primeros apartados (5.1.1 y 5.1.2) se describen los resultados obtenidos en ambas bentonitas (FEBEX y MX-80) a partir de los permeámetros de carga fija y variable. Cada apartado incluye: (1) el comportamiento de la permeabilidad efectiva frente a los cambios en las **condiciones de contorno**, (2) el **estado final** de las muestras y, (3) el análisis de las permeabilidades efectivas con respecto a la **densidad seca, humedad y grado de saturación**. Además, al finalizar dos ensayos de bentonita MX-80, se realizaron porosimetrías para comprobar si la distribución de tamaños de poro sufre cambios tras haber sucedido un flujo de gas a través de la muestra.

En cada apartado (FEBEX y MX-80) se incluye una **tabla** en la que se resumen los principales parámetros calculados antes y después de los ensayos. En dicha tabla vienen reflejadas las densidades secas (ρ_d), humedades (w) y grados de saturación (S_r) antes y después de haber estado conectadas al permeámetro de carga fija y variable. También se incluye el índice de poros efectivo ($e(1-S_r)$), calculado a partir de la densidad seca y grado de saturación inicial.

Las permeabilidades efectivas ($k_{ig} \cdot k_{rg}$) calculadas a partir de los valores de presión establecidos y el flujo de gas medido en los caudalímetros situados a la entrada y salida de la muestra, en el permeámetro de carga fija, son semejantes. La permeabilidad al gas (k_g) se ha calculado teniendo en cuenta las propiedades del gas en la salida de la muestra.

Las permeabilidades efectivas y al gas, obtenidas en el permeámetro de carga fija, que se incluyen en las tablas (Tabla 5.2 y Tabla 5.3), corresponden a la media del conjunto de permeabilidades obtenidas a la salida en todos los escalones y, por tanto, para diferentes

condiciones de contorno. Las permeabilidades obtenidas mediante el permeámetro de carga variable corresponden a la media de las permeabilidades calculadas durante los ensayos.

En materiales con permeabilidades bajas (10^{-18} m^2), como en caso de las bentonitas, puede tener lugar el efecto Klinkenberg, que se traduce en un aparente exceso de flujo del gas respecto al líquido. Este efecto fue analizado previamente en las muestras de bentonita FEBEX (Villar *et al.*, 2012b; 2013), no resultando relevante, por lo que se han utilizado los valores no corregidos de permeabilidad en todos los casos (figuras, tablas, discusión, etc.). El efecto Klinkenberg se analiza en detalle en el apartado 5.1.4.

En los gráficos de los apartados 5.1.1 y 5.1.2 se representa la permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva (definida en el presente trabajo como la diferencia entre la presión confinante y el promedio entre las presiones de inyección y cola). Se escogen la permeabilidad efectiva en lugar de la permeabilidad al gas por ser la propia del material y porque no varía en función del gas utilizado.

En el apartado 5.1.3 se procede a **comparar las permeabilidades** en ambas bentonitas con respecto a otros parámetros como, por ejemplo, el índice de poros efectivo.

En el apartado 5.1.4 se aplica la corrección del **efecto Klinkenberg** en las muestras de bentonita FEBEX y MX-80 para comprobar si los valores de permeabilidad calculados se encuentran sobreestimados.

5.1.1. Permeabilidad en muestras de bentonita FEBEX

Las muestras de bentonita FEBEX fueron analizadas en el permeámetro de carga fija, con caudalímetros instalados tanto a la entrada como a la salida de la muestra (apartado 4.1.2.2), con el fin de analizar cómo afectaban las condiciones de contorno a la permeabilidad de la muestra. Se realizaron una serie de escalones separados en cinco etapas variando la presión confinante, de inyección y cola (Figura 5.2). Los ensayos PGFBX1 y PGFBX2 ayudaron a establecer este protocolo y no siguieron dichas etapas.

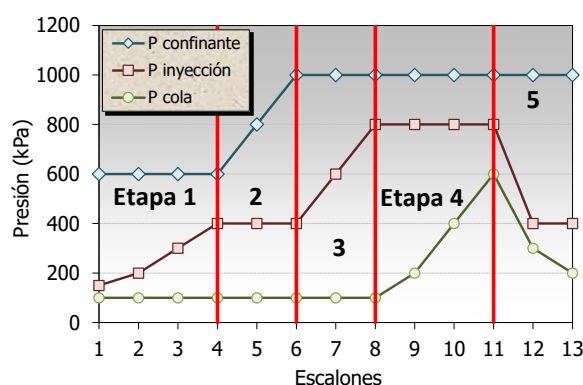


Figura 5.2. Escalones de presión seguidos en los ensayos de permeabilidad al gas en el permeámetro de carga fija para los ensayos de bentonita FEBEX comprendidos entre PGFBX3 y PGBX14.

En el ensayo PGFBX14, después de estas cinco etapas, se aumentó la presión confinante hasta 1200 kPa permitiendo el aumentado de la presión de inyección y cola hasta 1000 y 800 kPa, respectivamente.

El conjunto de muestras de bentonita FEBEX se prepararon con humedades de ~ 18 y ~ 20 %. Los resultados obtenidos en los ensayos, comprendidos entre PGFBX3-PGFBX14, se representan en cada una de las etapas y agrupados según su humedad. El ensayo PGFBX16 se representa a parte por el amplio rango de presiones al que fue sometido.

Durante las **Etapas 1 y 3**, la permeabilidad efectiva permanece prácticamente constante al variar las presiones de inyección (Figura 5.3a,b y Figura 5.4a,b).

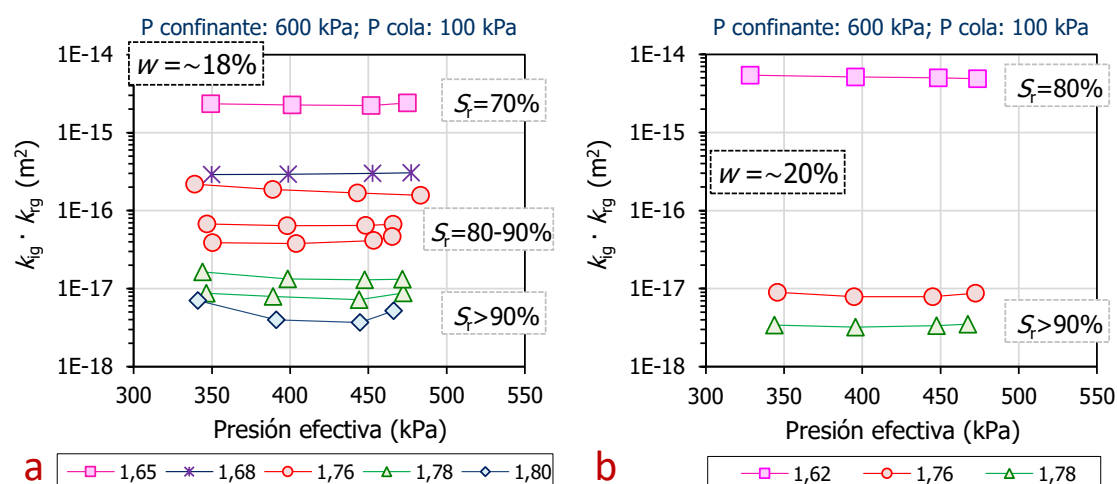


Figura 5.3. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva en función de la densidad seca (g/cm^3) en la Etapa 1 de los ensayos en bentonita FEBEX con humedades de: a) 18% y b) 20%.

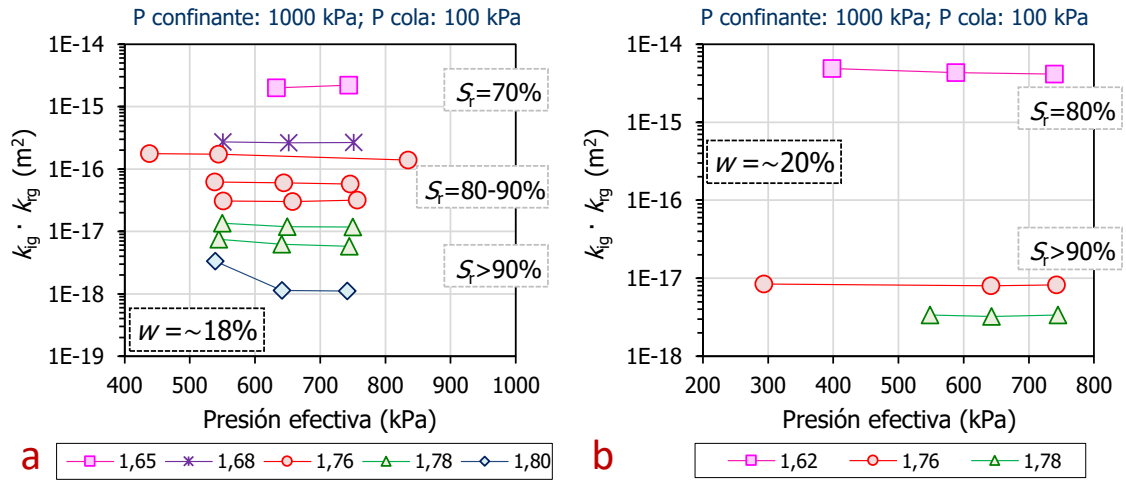


Figura 5.4. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva en función de la densidad seca (g/cm^3) en la Etapa 3 de los ensayos en bentonita FEBEX con humedades de: a) 18% y, b) 20 %.

El aumento en la presión confinante para una determinada presión de inyección (400 kPa) durante la **Etapas 2**, no parece tener ningún efecto en la permeabilidad efectiva, excepto en la muestra de mayor densidad analizada (1,80 g/cm^3), para la que se registra un descenso en la permeabilidad conforme aumenta la presión confinante (Figura 5.5a,b).

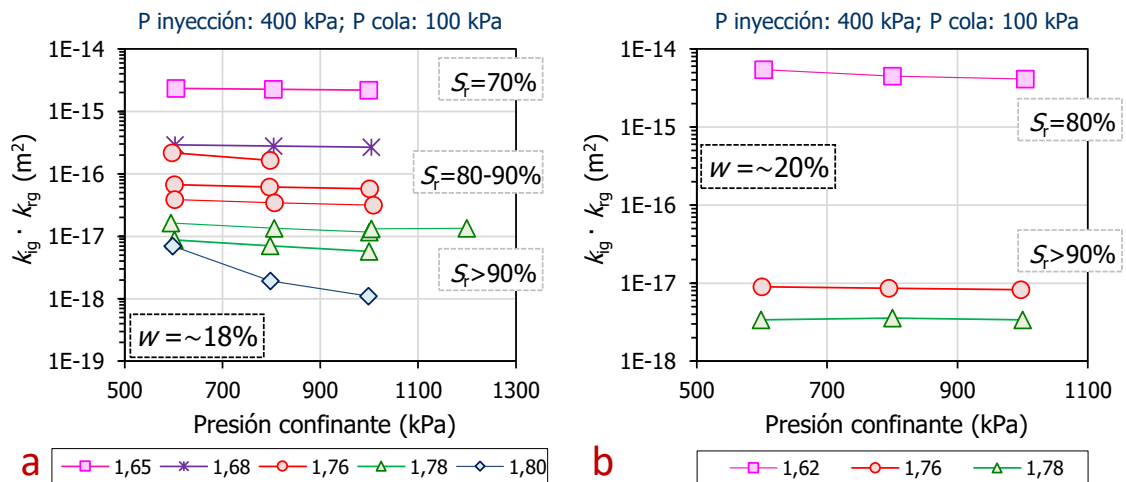


Figura 5.5. Permeabilidad efectiva frente a la presión confinante en función de la densidad seca (g/cm^3) en la Etapa 2 de los ensayos en bentonita FEBEX con humedades de: a) 18% y, b) 20 %.

Como puede verse en las **Etapas 4 y 5**, el aumento de la presión de cola de 100 a 600 kPa no supone un cambio en la permeabilidad efectiva ni tampoco el descenso de la presión de inyección de 800 a 400 kPa para muestras con semejante humedad y densidad seca (Figura 5.6a,b).

En el conjunto de etapas analizadas (de la Etapa 1 a la 5) se comprueba que la permeabilidad efectiva no varía con la presión efectiva (para las presiones confinantes aplicadas), aunque es patente su disminución con el aumento de la densidad seca y/o el grado de saturación de las muestras.

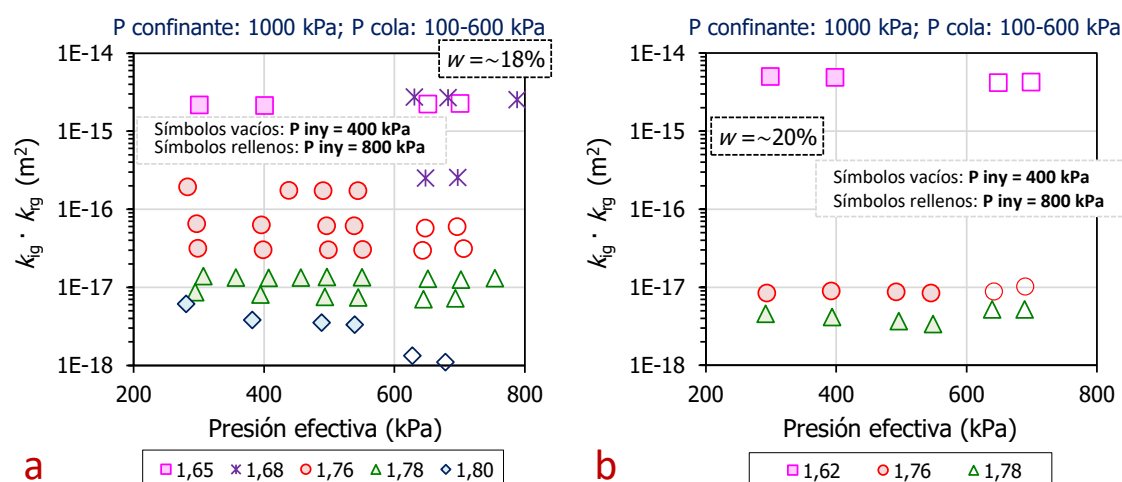


Figura 5.6. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva en función de la densidad seca (g/cm^3) en las Etapas 4 y 5 de los ensayos en bentonita FEBEX con humedades: a) 18% y, b) 20%.

El ensayo PGFBX16 se ha realizado en una celda de acero, permitiendo la aplicación de presiones de inyección y confinante más elevadas (5000 y 6000 kPa, respectivamente, apartado 4.1.3.2). Este ensayo muestra una disminución de la permeabilidad efectiva conforme aumenta la presión efectiva (Figura 5.7); aumento conseguido bien por el aumento de la presión confinante para una presión de inyección dada, bien por la disminución de la presión de inyección a una presión confinante dada.

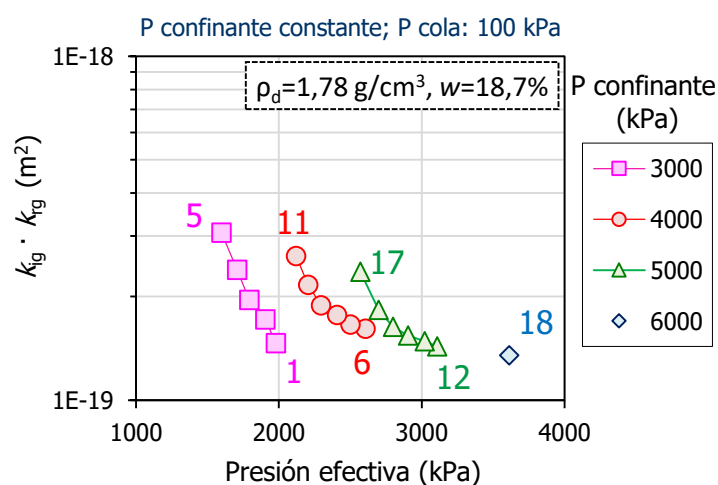


Figura 5.7. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva en función de la presión confinante del ensayo PGFBX16 (S_r inicial=97%). Números del 1 al 18 indican el orden de los escalones realizados durante el ensayo.

Un resumen de los parámetros calculados en el conjunto de ensayos se muestra en la Tabla 5.2. Las diferencias entre las condiciones iniciales y finales se deben a la progresiva descompresión de la muestra, ya que estas fueron preparadas bajo presiones de compactación muy elevadas (14-25 MPa).

Las humedades finales presentan, dentro de una misma muestra, desviaciones estándar comprendidas entre 0,1 y 1,2 % (calculadas a partir de los valores obtenidos en tres secciones diferentes de cada muestra). Existe cierta tendencia a encontrar la parte superior de la muestra ligeramente más seca que la inferior ya que es el extremo por el que se aplica la inyección del gas.

Tabla 5.2. Características de las muestras FEBEX antes y después de los ensayos de permeabilidad al gas en el permeámetro de carga fija.

Referencia	ρ_d inicial (g/cm ³)	W inicial (%)	S _r inicial (%)	ρ_d final (g/cm ³)	W final (%)	S _r final (%)	e (1-S _r)	k _g ^(a) (m ²)	k _{ig} ·k _{rg} ^(a) (m/s)
PGFBX1	1,51	13,1	45	--	14,1	48	0,43	9,15·10 ⁻¹⁴	5,95·10 ⁻⁰⁸
PGFBX2	1,40	21,3	62	--	21,4	62	0,36	8,60·10 ⁻¹⁴	8,83·10 ⁻⁰⁸
PGFBX3	1,68	18,2	81	1,68	16,7	74	0,11	2,01·10 ⁻¹⁵	1,38·10 ⁻⁰⁹
PGFBX4	1,76	18,4	93	1,73	17,7	89	0,04	1,70·10 ⁻¹⁶	1,17·10 ⁻¹⁰
PGFBX5	1,80	17,7	96	1,73	19,4	93	0,02	3,44·10 ⁻¹⁸	2,31·10 ⁻¹²
PGFBX6	1,78	18,6	97	1,74	18,9	93	0,01	7,00·10 ⁻¹⁸	4,73·10 ⁻¹²
PGFBX7	1,76	17,8	90	1,72	18,1	86	0,05	6,21·10 ⁻¹⁷	4,20·10 ⁻¹¹
PGFBX8	1,78	18,1	94	1,72	19,3	91	0,03	3,37·10 ⁻¹⁸	2,25·10 ⁻¹²
PGFBX9	1,76	19,0	96	1,71	19,9	92	0,02	8,31·10 ⁻¹⁸	5,53·10 ⁻¹²
PGFBX10	1,62	22,7	92	1,55	22,1	80	0,06	4,75·10 ⁻¹⁵	3,42·10 ⁻⁰⁹
PGFBX11	1,65	18,4	78	1,62	17,9	73	0,14	2,28·10 ⁻¹⁵	1,54·10 ⁻⁰⁹
PGFBX12	1,70	18,3	85	1,68	18,4	81	0,09	2,84·10 ⁻¹⁶	1,87·10 ⁻¹⁰
PGFBX13	1,76	17,6	89	1,73	17,7	85	0,06	3,64·10 ⁻¹⁷	2,33·10 ⁻¹¹
PGFBX14	1,78	18,5	97	1,72	19,7	93	0,02	1,33·10 ⁻¹⁷	8,36·10 ⁻¹²
PGFBX16	1,78	18,7	97	1,61	21,4	85	0,01	1,88·10 ⁻¹⁹	1,12·10 ⁻¹³

^(a) Promedio de las permeabilidades obtenidas para diferentes condiciones de contorno en los ensayos realizados con el permeámetro de carga fija.

En la Figura 5.8 quedan representadas las permeabilidades efectivas obtenidas con el permeámetro de carga fija junto con las obtenidas en trabajos previos en el permeámetro de carga variable (Villar y Lloret, 2001; Villar, 2002) en función de la densidad seca de las muestras. La disminución de la permeabilidad efectiva conforme aumenta la densidad seca de la muestra es substancial, de varios órdenes de magnitud para un incremento de la densidad seca de 1,50 a 1,80 g/cm³ (Figura 5.8a). A su vez, para muestras con igual densidad seca, la permeabilidad efectiva es menor para aquellas con una humedad más elevada (Figura 5.8b). No se ha podido observar flujo de gas en muestras con grados de saturación >97 % (Figura 5.9), por lo que no se ha calculado su permeabilidad efectiva.

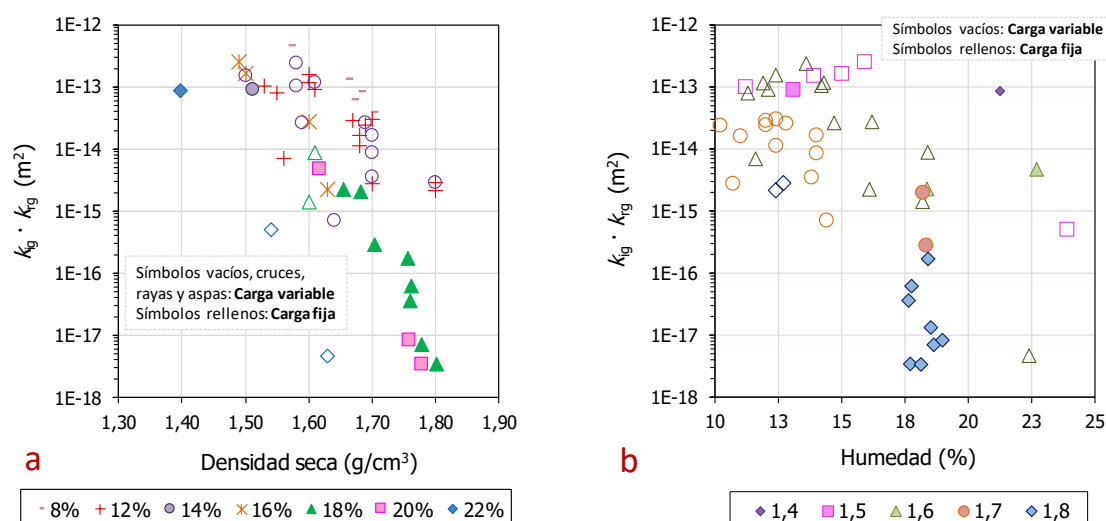


Figura 5.8. Permeabilidad efectiva frente: (a) densidad seca en función de la humedad ($\pm 1\%$) y, (b) humedad en función de la densidad seca (g/cm^3) de muestras de bentonita FEBEX analizadas en el permeámetro de carga variable (símbolos vacíos, cruces, rayas y aspás) y fija (símbolos rellenos).

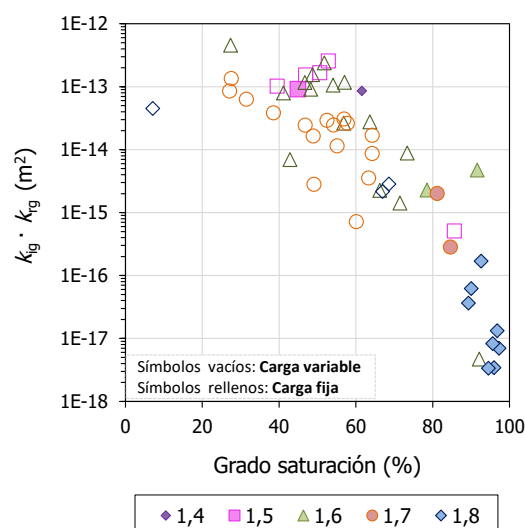


Figura 5.9. Permeabilidad efectiva frente al grado de saturación en función de la densidad seca (g/cm^3) de muestras de bentonita FEBEX analizadas en el permeámetro de carga variable (símbolos vacíos) y fija (símbolos rellenos).

Los resultados analizados en bentonita FEBEX muestran que la permeabilidad efectiva disminuye notablemente con el aumento de la densidad seca y el grado de saturación de las muestras, y que no sufre cambios al variar las condiciones de contorno en el rango analizado.

En las dos excepciones observadas, que coinciden con las muestras de mayor densidad seca ($1,78\text{-}1,80 \text{ g/cm}^3$), fue necesario aplicar presiones más elevadas para la detección de un flujo de gas la salida de la celda. Estos flujos son extremadamente bajos y de tipo intermitente, por lo que las permeabilidades calculadas a partir de ellos no se consideran fiables. Dado que la duración de estos ensayos es similar y no presentan variaciones anómalas de humedad, una explicación del carácter intermitente sería la apertura y el cierre de las trayectorias de paso de gas, de dimensiones reducidas y muy localizadas, como resultado del alto grado de saturación y de su porosimetría (macroporosidad reducida).

Esto no sucede en las muestras con grados de saturación más bajos, donde las trayectorias permanecen siempre abiertas (mayor proporción de macroporosidad).

Para muestras con un grado de saturación semejante, las de menor densidad seca presentan permeabilidades efectivas mayores debido a que su mayor porcentaje en macroporos facilita el transporte de gas (Lloret *et al.*, 2004). En general, el transporte de gas se realiza a través de los poros de mayor tamaño (macroporosidad) y es más reducido en los poros menores (meso y microporosidad). En las muestras de mayor densidad, la proporción de macroporosidad es inferior y se ve afectada por el efecto de la presión confinante (mucho menor que la presión de compactación de las muestras, en las que se espera un comportamiento elástico).

5.1.2. Permeabilidad en muestras de bentonita MX-80

Las muestras de bentonita MX-80 se ensayaron posteriormente a las de FEBEX, y se analizaron tanto en el permeámetro de carga variable como en el de carga fija tras su separación en dos líneas (apartado 4.1.2.2). En estos ensayos, los caudalímetros solo se encontraban instalados a la salida de la muestra ya que previamente, en los ensayos realizados con FEBEX, se comprobó que el flujo másico de gas era igual a la entrada y salida de la muestra y, por tanto, las permeabilidades calculadas a partir de cualquiera de ellos eran equivalentes. Además, la presión de cola se mantuvo abierta a atmósfera.

Para preparar las muestras de MX-80 se ha añadido agua líquida mediante bureta y en fase vapor introduciendo las muestras en el interior de desecadores para ver cómo influye en la estructura interna y, por tanto, en la permeabilidad, la forma en la que se añade el agua.

En el permeámetro de carga fija se han analizado cómo afectaban las condiciones de contorno a la permeabilidad de las muestras de bentonita MX-80, variando la presión confinante y de inyección en una serie de escalones divididos en 3 etapas (Figura 5.10). Sobre este procedimiento estándar, dependiendo del tipo de muestra, se alcanzan unos valores u otros. Por ejemplo, en el ensayo PGMX19_16, de mayor densidad seca, fue necesario aplicar presiones de inyección y confinante superiores de 1400 y 1600 kPa, respectivamente.

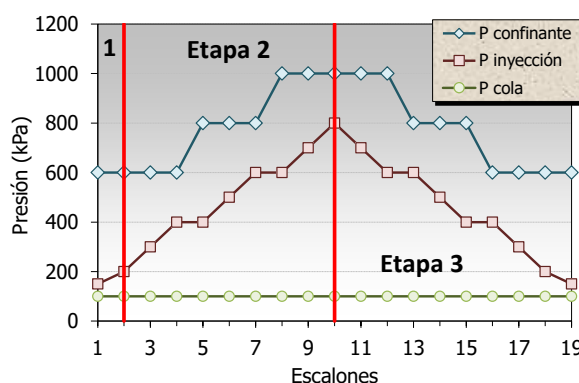


Figura 5.10. Escalones de presión seguidos en los ensayos de permeabilidad al gas en el permeámetro de carga fija para las muestras de bentonita MX-80.

De las muestras de bentonita MX-80 analizadas en el permeámetro de carga fija, cinco se prepararon mediante la adición de agua líquida (dos al ~16 %, una al 18 % y otra al 20 %) y

tres mediante la adición de agua en fase vapor (al ~15 %). Los resultados se agrupan en función de la humedad de las muestras y, al ser la etapa 3 simétrica de la etapa 2, los resultados se muestran conjuntamente.

A continuación, se detallan los resultados de los cinco ensayos conectados al permeámetro de carga fija y muestras con adición de **agua líquida**. Durante las tres etapas que comprende un ensayo, las permeabilidades efectivas son semejantes en una misma muestra independientemente de cuales sean las presiones confinante y efectiva aplicadas (Figura 5.11a,b), lo que indicaría que el rango de presiones efectivas aplicadas no modifica la estructura porosa de las muestras.

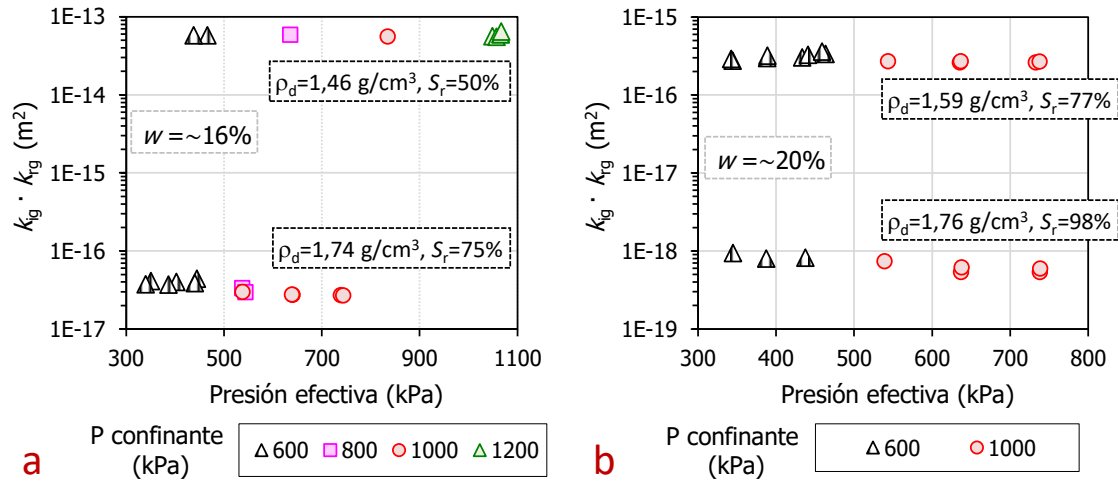


Figura 5.11. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva en función de la presión confinante de los ensayos en bentonita MX-80 con distinta humedad (fase líquida): a) 16% y, b) 20%.

Ese mismo comportamiento puede observarse al representar la permeabilidad efectiva frente a la presión confinante en función de las presiones de inyección (Figura 5.12a,b).

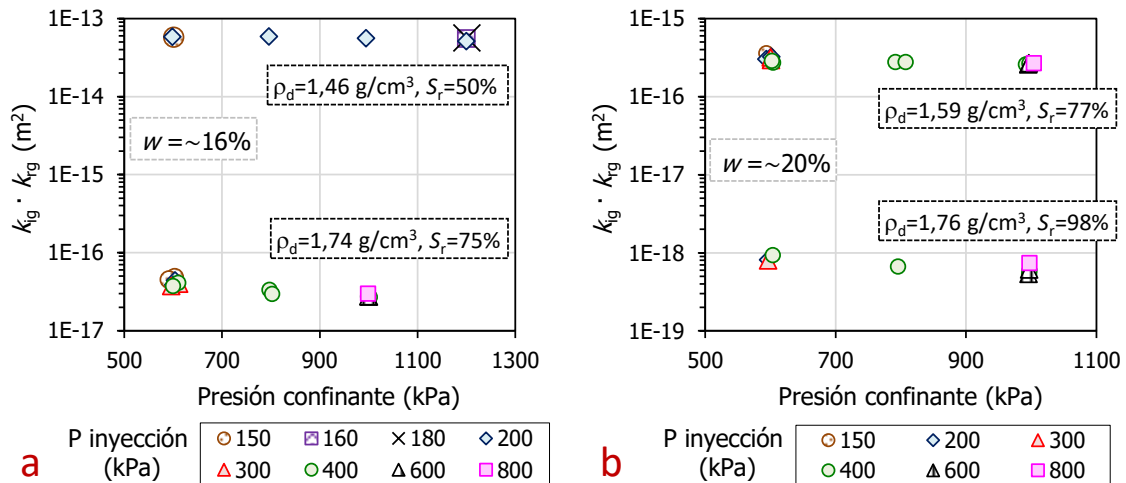


Figura 5.12. Permeabilidad efectiva frente a la presión confinante en función de la presión de inyección de los ensayos en bentonita MX-80 con distinta humedad (fase líquida): a) 16% y, b) 20%.

Independientemente de las condiciones de contorno establecidas, queda patente cómo la permeabilidad efectiva disminuye conforme aumenta la densidad seca y el grado de saturación de las muestras.

El ensayo PGMX19_16, con una densidad seca y humedad de $1,80 \text{ g/cm}^3$ y $\sim 18\%$, respectivamente, muestra una disminución de la permeabilidad efectiva conforme aumenta la presión efectiva (Figura 5.13), similar al mostrado en el ensayo PGFBX16 con bentonita FEBEX. Los efectos generados por las variaciones de la presión confinante (o de inyección) para una presión de inyección (o confinante) dada, son los esperados y de magnitud equivalente. El origen de estos efectos se puede situar en su porosimetría, definida por su elevada densidad seca y saturación casi completa, que reduce la macroporosidad (ver más adelante en este apartado).

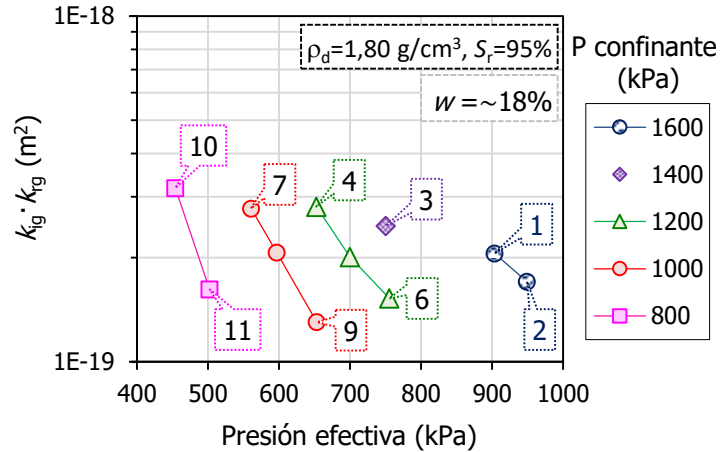


Figura 5.13. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva en función de la presión confinante del ensayo PGMX19_16. Humedad 18% (fase líquida). Números indican el orden de los escalones.

Los tres ensayos en los que se ha añadido el **agua en fase vapor** hasta alcanzar una humedad de $\sim 15\%$ quedan representados en la Figura 5.14 y Figura 5.15. Para la muestra con una densidad seca y grado de saturación de $1,54 \text{ g/cm}^3$ y 50% , respectivamente, la permeabilidad efectiva se mantiene prácticamente constante tras aplicar diferentes presiones efectivas a la muestra. Esto mismo se observaba en las muestras de bentonita FEBEX vistas con anterioridad. Sin embargo, en aquellas con densidades secas y grados de saturación superiores ($\geq 1,64 \text{ g/cm}^3$ y $\geq 60\%$, respectivamente), la permeabilidad efectiva disminuye conforme aumenta la presión efectiva, acentuándose esa tendencia conforme la densidad de la muestra es mayor.

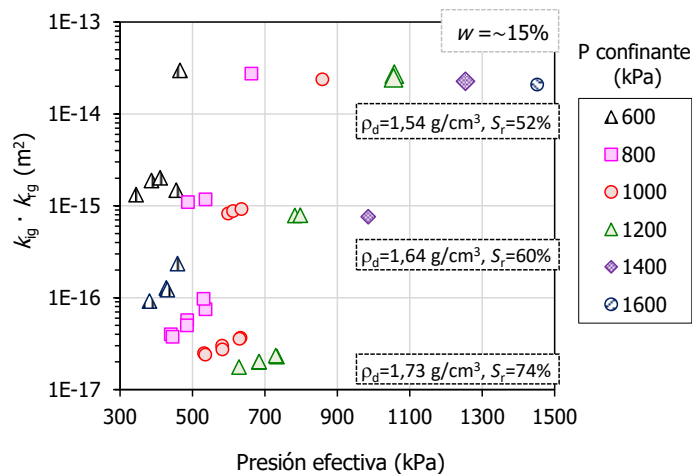


Figura 5.14. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva en función de la presión confinante de los ensayos de bentonita MX-80 a los que se les ha añadido agua en fase vapor.

La permeabilidad efectiva de la muestra menos densa y saturada (Figura 5.15) no varía con la presión confinante; siendo similar el comportamiento en las muestras más densas y saturadas. Como la presión de compactación de las muestras fue más de un orden de magnitud superior a la presión confinante utilizada, estas no sufren consolidación. Por tanto, se deduce que las variaciones en la permeabilidad efectiva (Figura 5.14), de sentido inverso a las observadas habitualmente, se deben a un comportamiento anómalo.

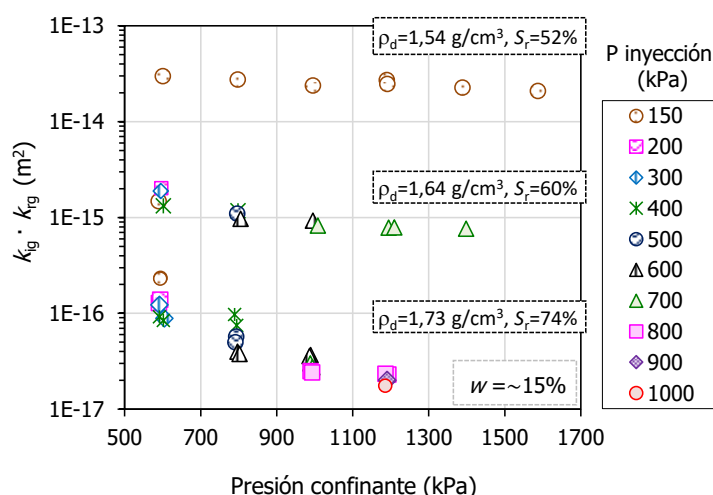


Figura 5.15. Permeabilidad efectiva frente a la presión confinante en función de la presión de inyección de los ensayos de bentonita MX-80 a los que se les ha añadido agua en fase vapor.

En la Tabla 5.3 se resumen las características de cada una de las muestras antes y después de los ensayos. Las diferencias entre las condiciones iniciales y finales, al igual que sucedía con las muestras de bentonita FEBEX, se deben a la progresiva descompresión de la muestra, ya que estas fueron preparadas bajo presiones de compactación muy elevadas (16-25 MPa). Algunas de las muestras se han ensayado en ambos permeámetros y las permeabilidades obtenidas suelen presentar órdenes de magnitud semejantes. Para las muestras con mayor densidad y humedad se consideran más fiables las permeabilidades obtenidas a partir del permeámetro de carga fija, ya que permite aplicar presiones más elevadas y, por tanto, un flujo de gas más estable.

Las humedades finales presentan, entre las diferentes partes de la muestra, desviaciones estándar comprendidas entre 0,1 y 1,5 % (calculadas a partir de los valores obtenidos en tres secciones diferentes de cada muestra), con tendencia a encontrar la parte superior ligeramente más seca que la inferior ya que es el extremo por el que se aplica la inyección de gas. Las densidades secas obtenidas tampoco presentan una gradación notable a lo largo de las probetas con desviaciones estándar comprendidas entre 0,0 y 0,08 g/cm^3 (calculadas a partir de los valores obtenidos en tres secciones diferentes de cada muestra). La tendencia más generalizada es que la parte superior sea ligeramente más densa, probablemente debido a dos causas principalmente: el tipo de compactación uniaxial que genera un aumento de densidad en la parte superior debido al rozamiento con el molde, y la desecación del material en contacto con el gas aplicado.

5.1. Permeabilidad en muestras no saturadas

Tabla 5.3. Características de las muestras MX-80 antes y después de los ensayos de permeabilidad al gas en los permeámetros de carga fija (F) y variable (V).

Referencia	ρ_d inicial (g/cm ³)	W inicial (%)	S _r inicial (%)	ρ_d final (g/cm ³)	W final (%)	S _r final (%)	e (1-S _r)	$k_{ig} \cdot k_{rg}^{(b)}$ (m ²)	$k_g^{(b)}$ (m/s)	
PGMX15_8	1,43	8,6	26	1,43	8,6	26	0,67	$2,64 \cdot 10^{-13}$	$1,63 \cdot 10^{-07}$	V
PGMX16_8	1,53	8,4	29	1,52	8,5	29	0,55	$5,90 \cdot 10^{-14}$	$3,64 \cdot 10^{-08}$	V
PGMX17_8	1,60	8,4	33	1,60	8,4	33	0,47	$2,23 \cdot 10^{-14}$	$1,38 \cdot 10^{-08}$	V
PGMX18_8	1,70	8,6	39	1,68	8,6	38	0,36	$1,18 \cdot 10^{-15}$	$7,30 \cdot 10^{-10}$	V
PGMX19_8	1,79	8,3	44	1,77	8,7	44	0,29	$6,98 \cdot 10^{-16}$	$4,30 \cdot 10^{-10}$	V
PGMX15_12	1,40	15,2	44	--	--	--	0,53	$9,12 \cdot 10^{-14}$	$5,36 \cdot 10^{-08}$	V
PGMX16_12	1,39	15,3	43	1,39	14,8	42	0,54	$1,52 \cdot 10^{-13}$	$9,36 \cdot 10^{-08}$	V
PGMX15_16	1,46	16,1	50	1,43	17,6	53	0,43	$5,26 \cdot 10^{-14}$	$3,24 \cdot 10^{-08}$	V
								$7,03 \cdot 10^{-14}$	$5,17 \cdot 10^{-08}$	F
PGMX16_16	1,58	16,5	61	1,56	16,6	61	0,28	$2,78 \cdot 10^{-15}$	$1,72 \cdot 10^{-09}$	V
PGMX17_16	1,64	16,6	68	1,63	16,6	67	0,21	$4,28 \cdot 10^{-16}$	$2,64 \cdot 10^{-10}$	V
PGMX18_16	1,74	15,6	75	1,69	16,2	72	0,14	$3,75 \cdot 10^{-17}$	$2,32 \cdot 10^{-11}$	V
								$3,57 \cdot 10^{-17}$	$2,63 \cdot 10^{-11}$	F
PGMX19_16	1,80	17,8	95	--	--	--	0,03	$6,50 \cdot 10^{-18}$	$4,01 \cdot 10^{-12}$	V
								$2,24 \cdot 10^{-19}$	$1,64 \cdot 10^{-13}$	F
PGMX15_20	1,49	19,9	66	1,50	19,5	65	0,28	$7,05 \cdot 10^{-15}$	$4,35 \cdot 10^{-09}$	V
PGMX16_20	1,59	20,1	77	1,59	20,1	77	0,16	$3,09 \cdot 10^{-16}$	$1,91 \cdot 10^{-10}$	V
								$2,93 \cdot 10^{-16}$	$2,19 \cdot 10^{-10}$	F
PGMX17_20	1,66	19,9	84	1,66	19,9	84	0,10	$2,52 \cdot 10^{-17}$	$1,56 \cdot 10^{-11}$	V
PGMX18_20	1,76	19,7	98	1,73	20,4	97	0,01	$6,61 \cdot 10^{-19}$	$4,85 \cdot 10^{-13}$	F
PGMX19_20	1,70	21,2	96	1,67	22,1	96	0,02	--	--	--
PGMX15_16D ^a	1,44	15,0	46	1,44	15,7	48	0,48	$4,95 \cdot 10^{-14}$	$3,06 \cdot 10^{-08}$	V
PGMX16_15D ^a	1,54	14,8	52	1,52	15,0	52	0,37	$6,69 \cdot 10^{-15}$	$4,30 \cdot 10^{-09}$	V
								$1,71 \cdot 10^{-14}$	$1,26 \cdot 10^{-08}$	F
PGMX17_15D ^a	1,64	14,7	60	1,61	15,2	60	0,26	$1,01 \cdot 10^{-15}$	$6,24 \cdot 10^{-10}$	V
								$1,15 \cdot 10^{-15}$	$8,42 \cdot 10^{-10}$	F
PGMX18_15D ^a	1,73	15,5	74	1,69	16,2	73	0,15	$7,08 \cdot 10^{-17}$	$4,37 \cdot 10^{-11}$	V
								$7,00 \cdot 10^{-17}$	$5,09 \cdot 10^{-11}$	F
PGMX19_17D ^a	1,82	16,4	91	1,81	16,8	91	0,05	--	--	--

(^a) Agua añadida en fase vapor. (^b) Promedio de las permeabilidades: a) durante el ensayo (permeámetro carga variable, V) y, b) para diferentes condiciones contorno (permeámetro carga fija, F).

Al representar la densidad seca frente a la permeabilidad efectiva (Figura 5.16a) se observa que conforme la densidad seca disminuye, la permeabilidad aumenta. A su vez, para un mismo valor de densidad seca, la permeabilidad efectiva es mayor a menor humedad (Figura 5.16b).

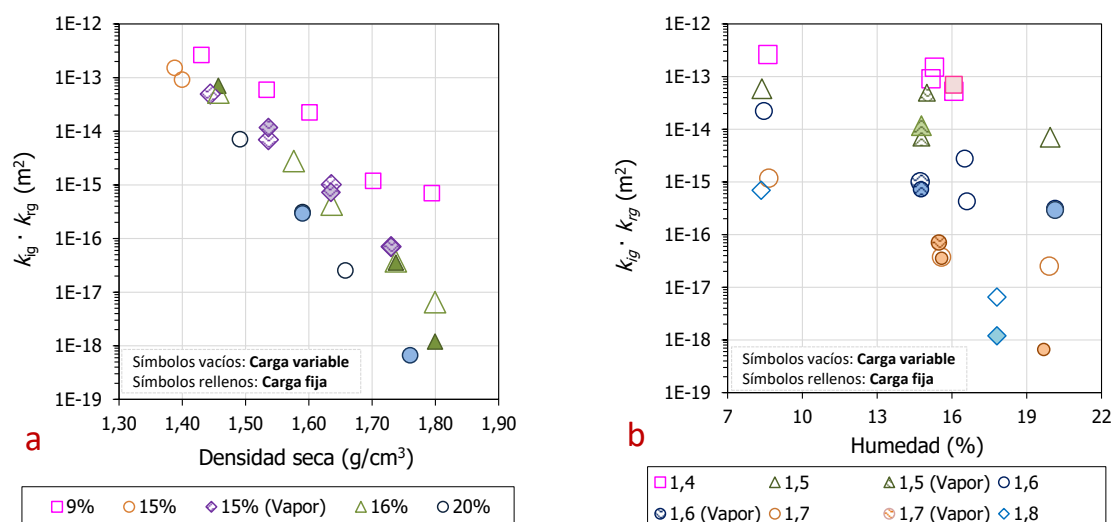


Figura 5.16. Permeabilidad efectiva frente: (a) densidad seca en función de la humedad ($\pm 1\%$) y, (b) humedad en función de la densidad seca (g/cm^3), de muestras de bentonita MX-80 analizadas en el permeámetro de carga variable (símbolos vacíos) y fija (símbolos rellenos).

Conforme el grado de saturación aumenta (Figura 5.17) la permeabilidad efectiva cae, hasta un valor del 98 % a partir del cual no se detecta flujo de gas a través de la muestra.

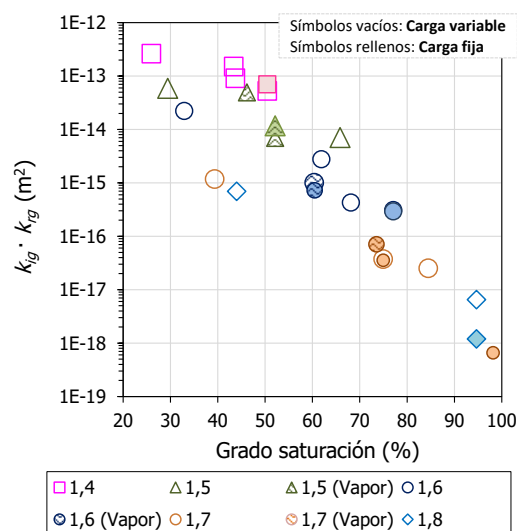


Figura 5.17. Permeabilidad efectiva frente al grado de saturación en función de la densidad seca (g/cm^3) de muestras de bentonita MX-80 analizadas en el permeámetro de carga variable (símbolos vacíos) y fija (símbolos rellenos).

Los resultados analizados en bentonita MX-80 muestran que la permeabilidad efectiva disminuye notablemente con el aumento de la densidad seca y el grado de saturación de las muestras, y que no sufre cambios al variar las condiciones de contorno. La excepción a este comportamiento se da en las muestras preparadas a una densidad seca mayor ($\geq 1,64 \text{ g/cm}^3$), en las que ha sido necesario aplicar presiones de gas más elevadas para detectar un flujo de gas a la salida de la celda. Los flujos registrados son valores promedio

para cada intervalo temporal, lo que justifica su uso de forma fiable para el cálculo de las permeabilidades a pesar de su reducida magnitud.

En cuanto a la manera en la que se ha añadido el agua en las muestras de bentonita MX-80, en la Tabla 5.3 se recogen, entre otros, los resultados de tres muestras preparadas con agua en fase líquida (PGMX15_16, PGMX16_16 y PGMX18_16) y sus correspondientes, de semejantes características, a las que se le ha añadido agua en fase vapor (PGMX15_16D, PGMX16_15D y PGMX18_15D). La evolución de los parámetros como la densidad seca, humedad y grado de saturación son comparables y, además, presentan permeabilidades efectivas semejantes. En las Figura 5.16 y Figura 5.17, las muestras a la que se les ha añadido agua en fase vapor presentan un comportamiento semejante a las que se les ha añadido el agua en fase líquida.

En el ensayo PGMX18_15D, preparado con una densidad seca y grado de saturación de 1,73 g/cm³ y 74 %, respectivamente, la permeabilidad varía con las condiciones de contorno establecidas (Figura 5.14 y Figura 5.15), a diferencia de su correspondiente preparada con agua líquida (PGMX18_16, Figura 5.11a y Figura 5.12a). La posible explicación estaría en la humectación en fase vapor, que hace que los procesos de interacción arcilla-agua afecten a toda la superficie accesible de forma simultánea y conjunta.

Como conclusión, a excepción de las muestras con mayor densidad seca y grado de saturación, el agua puede ser añadida en forma líquida para facilitar y reducir el tiempo de preparación de las muestras, sin alterar en exceso los procesos involucrados en el transporte de gas.

En la Figura 5.18 se comparan las curvas porosimétricas realizadas tras finalizar cada uno de los ensayos (PGMX16_15D y PGMX19_17D, con sus valores reales de ρ_d y w , Tabla 5.4), con muestras de referencia no sometidas a flujo de gas de densidad semejante ($\rho_d=1,50$ y 1,70 g/cm³, respectivamente, y compactadas con su humedad higroscópica - 11,0 %). En las curvas porosimétricas de las muestras inalteradas de bentonita MX-80, descritas en detalle en el apartado 3.1, se aprecian tres familias principales de poros: una perteneciente al rango de la meso y dos en el rango de la macroporosidad; estando la de mayor tamaño relacionada con los tamaños del medio granular inicial, y presentando un efecto de entrada de aire a presión prácticamente nula.

El análisis por secciones muestra una fuerte gradación en la densidad seca (y de humedad, en sentido inverso) a lo largo de la probeta PGMX16_15D, descendiendo desde el extremo superior al inferior de 1,62 a 1,47 g/cm³, respectivamente (Tabla 5.4). Sin embargo, el ensayo PGMX19_17D presenta una densidad seca semejante en las dos secciones.

En la Figura 5.18 se observa que el volumen accedido de mesoporos es semejante en todas las secciones de las muestras sometidas a ensayo, incluyendo las muestras de referencia, pero el comportamiento de la macroporosidad es diferente.

Tabla 5.4. Resultados de las porosimetrías por intrusión de mercurio de las muestras de MX-80 de referencia y ensayadas.

Ensayo	Sección	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
				Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)
PGMX16_15D	SUPERIOR	1,62	14,1	51	457094	40	26	9
	MEDIA	1,55	14,7	47	10019	35	21	17
	INFERIOR	1,47	16,1	51	15252	32	19	18
PGMX19_17D	SUPERIOR	1,80	16,9	23	4822	45	19	32
	INFERIOR	1,81	16,8	25	372235	44	17	31
MX8015 (Referencia)		1,50	11,0	37	11127	25	19	38
MX8017 (Referencia)		1,70	11,0	24	6596	40	19	36

(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

Las diferencias fundamentales vienen dadas por el comportamiento de la macroporosidad en cada una de las secciones de las muestras ensayadas.

En la probeta PGMX16_15D (Figura 5.18a), la sección intermedia, con densidad seca similar y humedad ligeramente superior a la de referencia, tiene una macroporosidad equivalente, presentando una ligera reducción de la amplitud de los picos, pero sin desplazamiento de los mismos. La sección inferior, notablemente menos densa y más húmeda, presenta un ensanchamiento de ambas modas con aumento de sus valores, lo que indica la expansión del material. La sección superior, con mayor densidad y similar humedad, presenta una pérdida, por compactación o secado, de macroporos pertenecientes a la familia original más numerosa (y de menor tamaño) y modifica de forma importante el grupo de poros superiores a 200 μm . Esta alteración podría estar relacionada con la creación o dilatación de trayectorias de paso de gas a partir de las observadas en la zona intermedia.

En el ensayo PGMX19_17D (Figura 5.18b), como consecuencia de la similitud de ρ_d y w , la distribución de tamaños de poros es muy semejante. Solo se aprecia un ligero incremento en la parte inferior de la familia mayor de macroporos, con una moda de 372 μm , que podría ser originado por la compactación inicial. La muestra de referencia presenta un volumen de macroporos mayor, pues su densidad seca es menor (1,70 g/cm³). Dado que no se observa una variación de humedad, no se infiere la posibilidad de una expansión del material que modifique el tamaño de los poros. En este ensayo no se estableció un flujo de gas a través de la muestra, posiblemente a causa de su elevado grado de saturación (>90%).

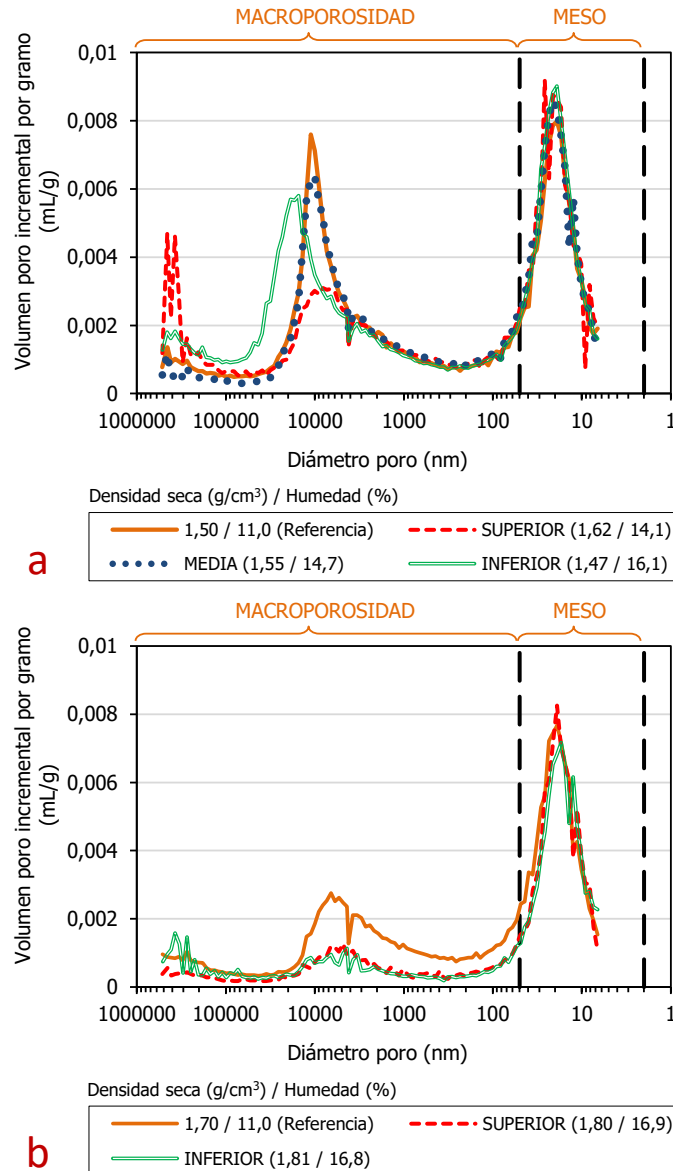


Figura 5.18. Distribución del diámetro de poro en las secciones realizadas en los ensayos PGMX16_15D y PGMX19_17D con respecto a una muestra de bentonita MX-80 de referencia con características semejantes. En la leyenda se muestran la densidad seca y la humedad tras el desmontaje (g/cm^3 / %).

Se observa (Tabla 5.4, Figura 5.19) que, independientemente de la humedad y la densidad seca de las muestras, el tamaño de poro más abundante dentro del campo de la mesoporosidad es similar y se encuentra entre 17 y 26 nm. Por otro lado, para una humedad dada, el porcentaje mayoritario de macroporosidad (correspondiente al pico entre 4 y 15 μm) es función de la densidad seca: conforme aumenta la densidad seca, menor es el porcentaje en macroporos. Como ya se indicó, el gas a elevada presión desplazaría el agua intersticial libre hacia las capas inferiores, generando una retracción por secado, que al generar micro-fisuraciones desarrollará macroporosidad. Se ha mostrado también la aparición de nuevas familias de poros en el rango de la macroporosidad en otros materiales (arcilla Boom), tras la inyección de gas en las muestras (González-Blanco *et al.*, 2017). Este proceso no afecta a muestras con mayor densidad seca por la escasa disponibilidad de agua intersticial libre para ser movilizad.

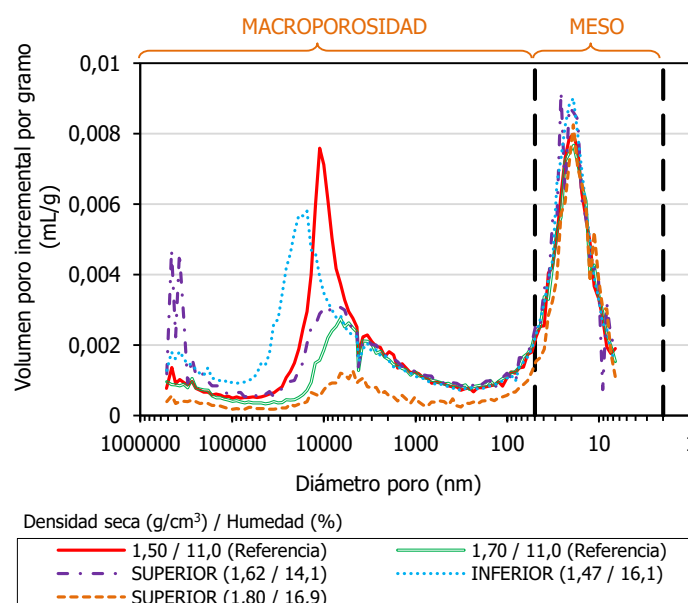


Figura 5.19. Distribución del diámetro de poro de la bentonita MX-80 de referencia con su humedad higroscópica (11,0 %) y de las secciones superiores e inferior tras los ensayos de permeabilidad al gas.

En la Figura 5.20 se representa el porcentaje en índice de poros para los rangos de tamaño >50 nm (macroporos) y <50 nm (meso+microporos) en función de la densidad seca. Los cambios en la densidad seca afectan solo a la macroporosidad, hecho que también ha sido comprobado en diversos materiales arcillosos compactos. La microporosidad, que corresponde a los poros en el interior de los agregados de arcilla (<2 nm), permanece casi invariable frente al incremento de la tensión, mientras que la mesoporosidad (2-50 nm), disminuye ligeramente el tamaño de sus poros (Romero y Simms, 2008). Así, el aumento en el porcentaje de tamaños <50 nm cambia su proporción para las muestras más densas y secas por la desaparición de la macroporosidad durante la compactación, no por su transformación.

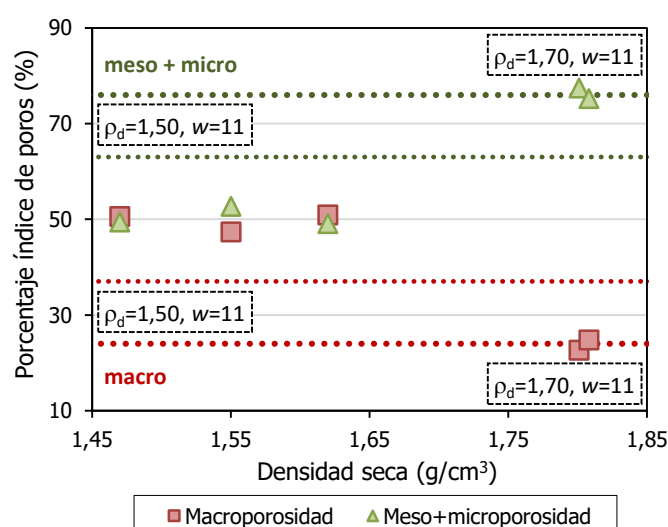


Figura 5.20. Porcentaje de macro y meso+microporos en función de la densidad seca de las muestras de referencia y ensayadas.

En las muestras de MX-80, como en FEBEX, el transporte de gas está controlado por la porosimetría del material compactado y se produce fundamentalmente a través de los poros

intercomunicados de mayor tamaño (macroporosidad) con una menor aportación de los poros menores (meso y microporosidad) que, en cualquier caso, forman parte de las trayectorias de paso. El efecto de la porosimetría se acentúa en estas muestras de MX-80 al compactarse a partir de un material de granulometría más fina.

La explicación del carácter intermitente del flujo de las muestras de mayor densidad seca, podría explicarse mediante la apertura y el cierre de las trayectorias de paso de gas, de dimensiones reducidas y muy localizadas, como resultado del alto grado de saturación y de su porosimetría (macroporosidad reducida). Esto no sucede en las muestras con grados de saturación más bajos, donde las trayectorias permanecen siempre abiertas (mayor proporción de macroporosidad).

5.1.3. Comparación de permeabilidades (FEBEX y MX-80)

Se han presentado medidas de permeabilidad realizadas en bentonita compactada a diferentes densidades secas y humedades obtenidas en permeámetros de carga variable y fija. En este último, se han variado las condiciones de contorno de la medida, en concreto la presión confinante y la presión de inyección, ambas en escalones crecientes al comienzo del ensayo y decrecientes al final, y, en algunos ensayos se ha modificado la presión de cola, que normalmente es la atmosférica.

En ambas bentonitas, la permeabilidad efectiva disminuye al aumentar la densidad seca y el grado de saturación de las muestras. A partir de grados de saturación próximos al 97 y 98 % para las bentonitas FEBEX y MX-80, respectivamente, no se ha registrado un flujo de gas a través de la muestra (Gutiérrez-Rodrigo *et al.*, 2014).

En cuanto a la variación de las condiciones de contorno, en el rango de presiones aplicadas no se observa un efecto significativo en la permeabilidad efectiva al variar la presión de inyección o confinante excepto en aquellas muestras de mayor densidad seca y grado de saturación ($\geq 1,74 \text{ g/cm}^3$ y $S_r > 90 \%$), donde la permeabilidad efectiva disminuye ligeramente al aumentar la presión confinante (Figura 5.21a,b). Una hipótesis a este comportamiento es que, en muestras de menor grado de saturación, al aumentar la presión confinante, la porosidad puede disminuir ligeramente pero el gas sigue encontrando caminos. Sin embargo, en muestras de mayor grado de saturación, cualquier modificación de la porosidad por efecto de la presión confinante reduce los caminos de flujo, ya muy escasos, con lo que el gas no encuentra vías de transporte, reduciéndose la permeabilidad.

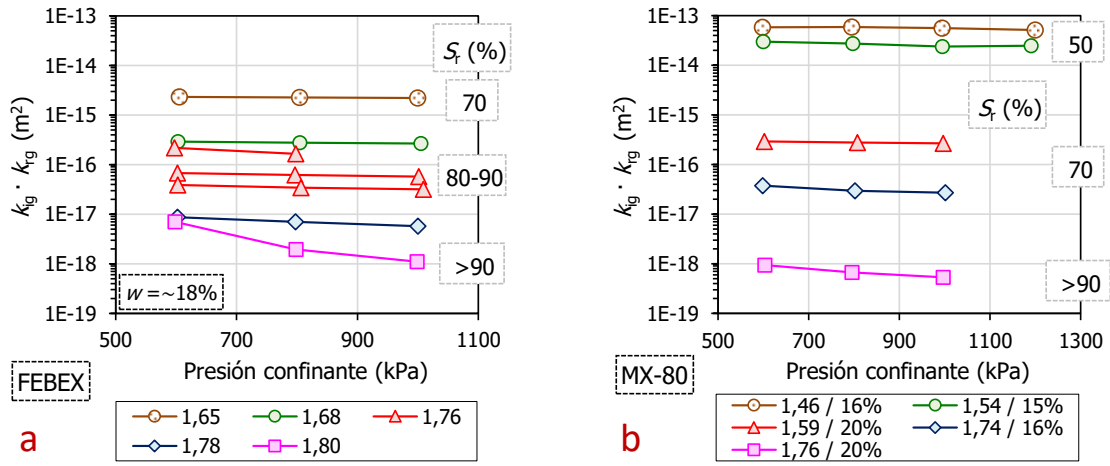


Figura 5.21. Permeabilidad efectiva frente a la presión confinante en función de la humedad (%) y densidad seca (g/cm^3) de los ensayos realizados en bentonita: a) FEBEX y, b) MX-80.

En varios trabajos, Villar *et al.* (2012a, b, c) y Villar *et al.* (2013) observaron la buena correlación existente entre la permeabilidad y el índice de poros efectivo (relación entre el volumen de huecos ocupados por gas y el volumen de sólido) que incluye el efecto de la densidad seca y del grado de saturación y se define como [5.1]:

$$e(1 - S_r) \quad [5.1]$$

donde e es el índice de poros y S_r el grado de saturación.

De hecho, las permeabilidades obtenidas tanto en el permeámetro de carga fija como variable para los ensayos realizados con bentonita FEBEX se ajustan a la siguiente correlación ([5.2] y Figura 5.22):

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = 1,30 \cdot 10^{-12} (e(1 - S_r))^{3,25} \quad [5.2]$$

En la Figura 5.22 se observa que, para un valor dado de índice de poros efectivo, la permeabilidad efectiva es menor en las muestras de MX-80 (Gutiérrez-Rodrigo *et al.*, 2014). La correlación entre la permeabilidad efectiva y el índice de poros efectivo en estas últimas es [5.3]:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = 1,97 \cdot 10^{-13} (e(1 - S_r))^{3,33} \quad [5.3]$$

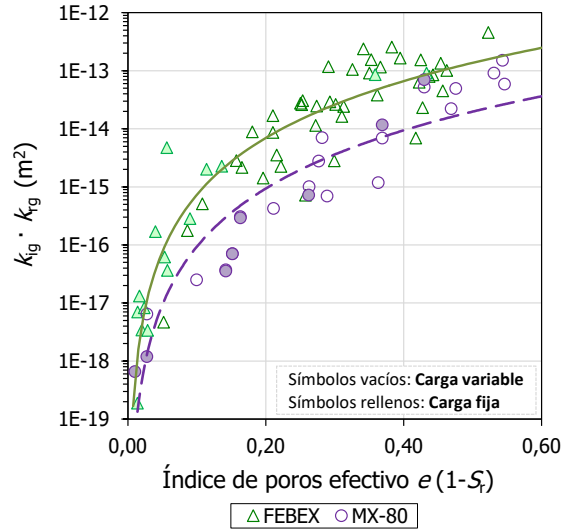


Figura 5.22. Permeabilidad efectiva frente al índice de poros efectivo en los ensayos de bentonita FEBEX y MX-80 analizados en los permeámetros de carga fija y variable.

La diferencia entre las permeabilidades halladas en las bentonitas FEBEX y MX-80 se encuentra probablemente en sus diferentes distribuciones granulométricas. En general, a menor tamaño de grano, menor permeabilidad, y a mejor gradación, mayor permeabilidad. La bentonita MX-80 presenta un mayor porcentaje en finos y granulometría más homogénea, lo cual tiene una gran repercusión en las propiedades hidráulicas en materiales no saturados. La bentonita FEBEX tiene una distribución granulométrica con una representación de mayor rango de tamaño de grano, de hasta 5 mm de diámetro, lo que puede favorecer la creación de poros de mayor tamaño (las curvas granulométricas de ambas bentonitas se encuentran en el apartado 3.1). Sin embargo, ambas bentonitas presentan permeabilidades al agua semejantes en muestras compactadas para igual densidad seca (Villar, 2005b). Este hecho puede estar atribuido a la homogeneización de la porosidad durante el proceso de saturación, el cual elimina los efectos de la distribución de poros inicial.

Si en las ecuaciones [5.2] y [5.3], las cuales relacionan la permeabilidad efectiva y el índice de poros efectivo, se iguala a 0 el grado de saturación, se obtiene el valor de permeabilidad intrínseca en función del índice de poros para ambas bentonitas en estado completamente seco (k_{ig}), puesto que la permeabilidad relativa al gas en una muestra seca es igual a 1 ($S_r = 0, k_{rg} = 1$), [5.4] y [5.5]:

$$k_{ig} = 1,30 \cdot 10^{-12} \cdot e^{3,25} \text{ [FEBEX]} \quad [5.4]$$

$$k_{ig} = 1,97 \cdot 10^{-13} \cdot e^{3,33} \text{ [MX-80]} \quad [5.5]$$

Los valores de permeabilidad intrínseca no pueden normalmente ser medidos con un flujo de gas porque las muestras deberían estar completamente secas y el secado de la bentonita podría implicar una modificación artificial de la microestructura interna por contracción. En estudios previos realizados en bentonita FEBEX, observaron que la permeabilidad

intrínseca medida con agua como permeante era ocho órdenes de magnitud inferior a determinada con gas. Por lo tanto, durante la hidratación se modifica fuertemente la distribución de los tamaños de poro (Villar, 2002; Villar y Lloret, 2001).

Los valores de permeabilidad intrínseca obtenidos en las ecuaciones [5.4] y [5.5] pueden ser introducidos en las ecuaciones [5.2] y [5.3] para cada muestra de FEBEX y MX-80, respectivamente, y obtener los valores de permeabilidad relativa para un determinado índice de poros (Figura 5.23). Las ecuaciones obtenidas son [5.6] y [5.7] para FEBEX y MX-80, respectivamente.

$$k_{rg} = 2,92 (e(1 - S_r))^{2,98} \text{ [FEBEX]} \quad [5.6]$$

$$k_{rg} = 1,64 (e(1 - S_r))^{2,85} \text{ [MX-80]} \quad [5.7]$$

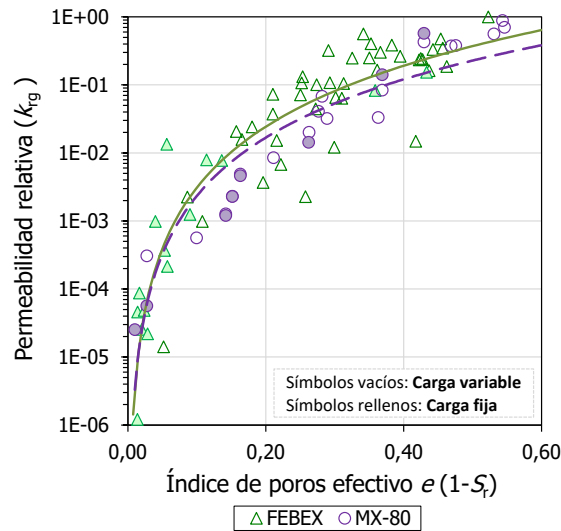


Figura 5.23. Permeabilidad relativa frente al índice de poros efectivo en los ensayos de bentonita FEBEX y MX-80 analizados en los permeámetros de carga fija y variable.

La Figura 5.24 muestra cómo disminuye la permeabilidad relativa al gas conforme aumenta el grado de saturación de las muestras.

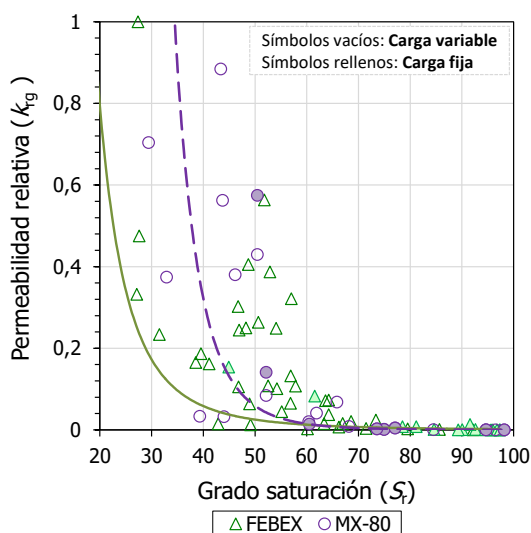


Figura 5.24. Permeabilidad relativa frente al grado de saturación de las muestras de bentonita FEBEX y MX-80 analizadas en los permeámetros de carga fija y variable.

Como resumen, los factores que determinan de forma significativa la permeabilidad de un material geológico son su porosimetría (dependiente de la distribución granulométrica inicial y del grado de compactación/consolidación al que haya sido sometido) y su mineralogía.

5.1.4. Análisis del efecto Klinkenberg

Klinkenberg (1941) descubrió que los valores de permeabilidad obtenidos utilizando agua como fluido permeante eran inferiores a los obtenidos con gas. La velocidad de un gas a baja presión en la superficie de contacto con el material no es nula, al contrario del caso de un líquido (flujo viscoso); esto incrementa el valor del flujo y, por tanto, la permeabilidad. Dicho proceso adquiere mayor importancia en materiales con permeabilidades bajas, como las arcillas bentónicas (10^{-18} m^2) y, por ello, se ha creído conveniente comprobar si es necesario aplicar la corrección del efecto Klinkenberg a las muestras analizadas (explicado con mayor detalle en el apartado 2.3.2.1).

Se toma como valor de la permeabilidad corregida la ordenada en el origen del ajuste lineal de las permeabilidades medidas en función de la inversa de la presión promedio. Dicha permeabilidad correspondería a un gas de densidad infinita, que se comporta como un líquido perfecto.

Para las muestras de bentonita FEBEX, según se muestra en la Figura 5.25a,b, los resultados se han agrupado según su presión efectiva y las pendientes de los ajustes son generalmente pequeñas, por lo que el efecto Klinkenberg no resulta significativo para el rango de presiones aplicadas en este conjunto de ensayos. A su vez, la Figura 5.25a,b muestra que la presión efectiva no afecta a los valores de permeabilidad calculados, siendo estos últimos semejantes en el rango considerado de presiones efectivas.

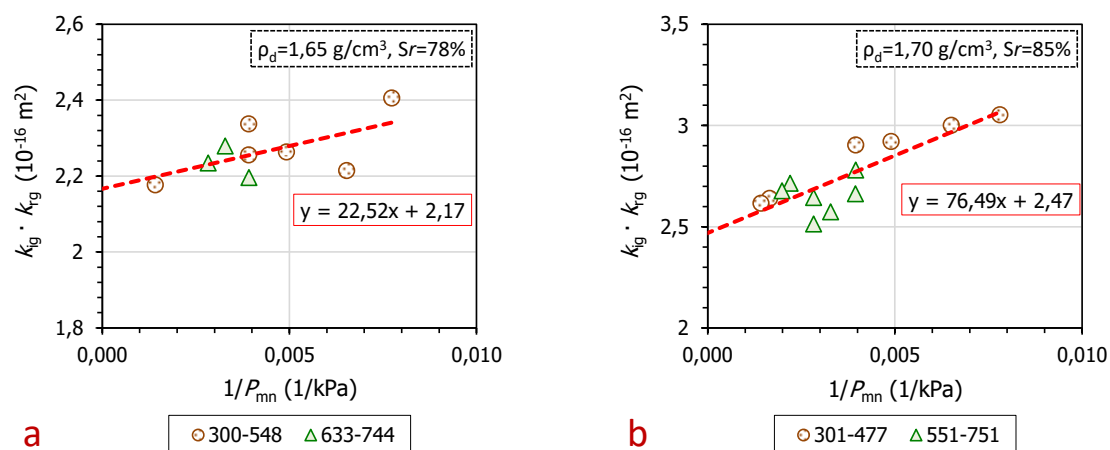


Figura 5.25. Permeabilidad efectiva frente a la inversa de la presión promedio en el interior de la muestra en función de la presión efectiva (kPa) en dos de los ensayos realizados en bentonita FEBEX.

Esta comprobación se realizó para todos los ensayos (Villar *et al.*, 2012b; Villar *et al.*, 2013) y en la Figura 5.26 queda representado el valor promedio de las permeabilidades efectivas obtenidas para cada uno de ellos frente a sus respectivas permeabilidades corregidas. No se aprecian diferencias significativas entre ambas permeabilidades, lo que corrobora que no es necesario aplicar esta corrección para el rango de presiones y materiales estudiados.

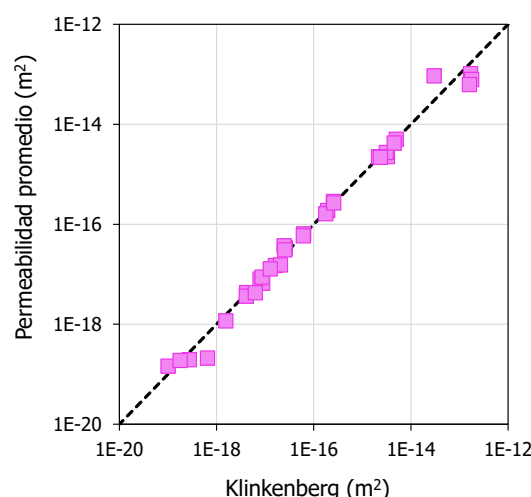


Figura 5.26. Permeabilidad efectiva promedio frente a la permeabilidad efectiva obtenida tras aplicar la corrección del efecto Klinkenberg agrupados en función de la presión efectiva en cada uno de los ensayos realizados con bentonita FEBEX.

A pesar de que el efecto Klinkenberg no parece afectar a las muestras de bentonita FEBEX se comprobó dicho efecto en los ensayos realizados con bentonita MX-80. En la Figura 5.27a-f quedan representados los ensayos realizados con bentonita MX-80 que muestran los ajustes realizados para el conjunto de permeabilidades. Aunque las pendientes son más pronunciadas que en los ensayos realizados en la bentonita FEBEX, la diferencia entre las permeabilidades calculadas y las corregidas no es significativa.

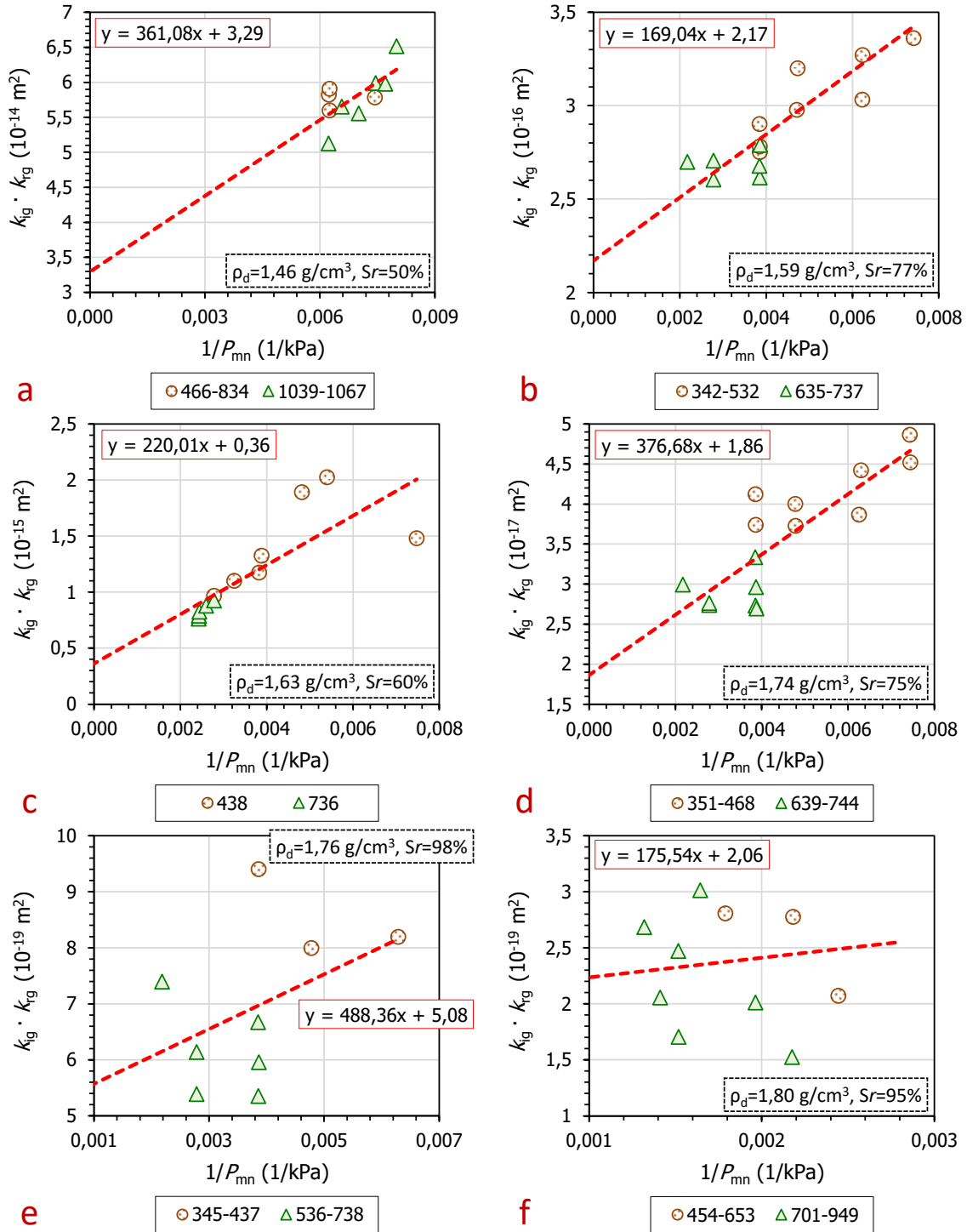


Figura 5.27. Permeabilidad efectiva frente a la inversa de la presión promedio en el interior de la muestra en función de la presión efectiva (kPa) en los ensayos realizados en bentonita MX-80.

En la Figura 5.28 quedan representadas las permeabilidades promedio calculadas directamente a partir de los datos experimentales y las corregidas y, al igual que sucedía con las muestras de FEBEX, no hay diferencias significativas entre ambas. Por ello, se considera que el efecto Klinkenberg no es relevante en el rango de presiones aplicadas y para el tipo de muestras utilizadas en los ensayos de MX-80.

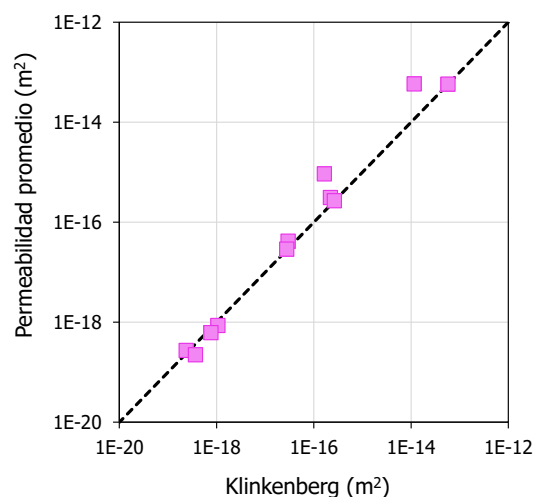


Figura 5.28. Permeabilidad efectiva promedio frente a la permeabilidad efectiva obtenida tras aplicar la corrección del efecto Klinkenberg agrupados en función de la presión efectiva en cada uno de los ensayos realizados con bentonita MX-80.

Esto justifica que se hayan tomado las permeabilidades medidas directamente en los análisis mostrados anteriormente.

5.2. Proceso de *breakthrough*

Los ensayos de *breakthrough* se realizaron en muestras de bentonita FEBEX previamente compactadas y saturadas en el interior de las celdas de acero. Las probetas, de dimensiones comprendidas entre 5 y 2 cm de altura, y 3,8 y 5 cm de diámetro, se compactaron con su humedad higroscópica ($\sim 13\%$), a diferentes valores nominales de densidad seca ($1,3$ a $1,8 \text{ g/cm}^3$). Dentro de este conjunto de ensayos se prepararon muestras sin y con interfase (apartado 4.2.1). La influencia de la densidad seca y las dimensiones de las muestras se discuten en los apartados 5.2.3 y 5.2.6.3, respectivamente.

En general la superficie interior de las celdas de acero es lisa excepto en una de las celdas, en la que se realizaron una serie de anillos concéntricos y se denomina celda ranurada. El principal objetivo de dicha celda es comprobar que no se produce paso de gas a lo largo de la interfase celda/muestra. Su influencia se discute en el apartado 5.2.3.

La **referencia** de cada ensayo se construye mediante una combinación alfanumérica que responde a ciertas características de la muestra: **(1) BT** (ensayo de *breakthrough* sin interfase, **RT** (ensayo de *breakthrough* en celda ranurada) y **JB** (ensayo de *breakthrough* con interfase), **(2) densidad** nominal de la muestra en g/cm^3 y, **(3) diámetro** interno de la celda de acero en mm. Si hay duplicidad, el segundo se cita con el mismo nombre que el primero añadiendo (2), por ejemplo, BT1,3_50 y BT1,3_50 (2). Además, si existe variación de altura (en cm), se añade al final, por ejemplo, BT1,4_38 y BT1,4_38_h2. De esta manera, se obtiene una identificación completa de cada uno de los ensayos.

En este apartado se incluyen las muestras de bentonita FEBEX sin interfase (BT y RT), que representan a las zonas de los bloques que forman la barrera donde no existe ninguna discontinuidad artificial que pueda actuar, en principio, como camino preferente de paso de gas. Las muestras con interfase (JB) se analizarán en el apartado 5.3.1.

Durante el proceso de vertido del material que tiene lugar en el interior de la celda previo a la compactación, se produce una gradación vertical de las partículas. Las de tamaño más fino se sitúan en la parte inferior, y las de mayor diámetro, en la parte superior (Figura 5.29). El aspecto final tras el proceso de compactación es distinto en función de la densidad seca a la que se ha compactado la muestra. Las muestras de mayor densidad seca presentan una superficie más lisa en ambos extremos, sin grandes poros (Figura 5.29, $\sim 1,60 \text{ g/cm}^3$), que han desaparecido al machacar el material grueso mientras que, las muestras de menor densidad seca, presentan una superficie irregular con poros más grandes (Figura 5.30, $\sim 1,30 \text{ g/cm}^3$), correspondientes a una granulometría más gruesa.



Figura 5.29. Aspecto de los extremos del ensayo BT1,6_50 tras su compactación en el interior de la celda.

Cada **ensayo de breakthrough** se divide en **4 fases** descritas en detalle en el apartado 4.2.3:

Fase 1. Saturación

La saturación de la bentonita se realiza con agua desionizada, aplicando presiones de inyección entre 200-1000 kPa, en uno o ambos extremos de la muestra. Al finalizar, se comprueba la altura y la cantidad de agua que ha entrado por diferencia entre la masa inicial y final. Además, en algunos casos se ha verificado la entrada de agua mediante equipos electrónicos de cambio de volumen.

Tras la fase de saturación, se ha medido la permeabilidad al agua, aplicando una carga hidráulica entre ambos extremos de la celda, en algunos ensayos, principalmente con juntas. La determinación se realizó para varios gradientes con cada una de las muestras, sin haberse obtenido variaciones significativas en el valor de permeabilidad al agua, lo que confirma la aplicabilidad de la ley de Darcy. Dichos ensayos, al igual que la saturación, están realizados a temperatura ambiente.

Tras el primer ensayo de saturación, las partículas de arcilla se expanden sellando todas las oquedades entre granos presentes tras la compactación (Figura 5.30) y, al estar confinada, genera una presión de hinchamiento dependiente de la densidad seca, que asegura el sellado entre la muestra y pared interna de la celda de acero, lo que se discute en el apartado 5.2.3.



Figura 5.30. Aspecto de los extremos superior e inferior de la muestra BT1,3_38 tras el proceso de compactación y saturación (Fase 1).

Una vez que la muestra se encuentra completamente saturada se sustituyen los filtros saturados de agua por unos secos antes de la siguiente fase del ensayo.

En la Tabla 5.5 vienen reflejadas las principales características de los ensayos realizados antes y después del primer ensayo de saturación (Fase 1) e incluye: (1) diámetro (ϕ), (2) altura inicial (h), (3) densidad seca (ρ_d), humedad (w) y grado de saturación de las muestras (S_r) antes y después del primer ensayo de saturación, además de (4) la presión y el (5) tiempo transcurrido durante la saturación.

Los grados de saturación han sido calculados considerando una densidad del agua igual a 1 g/cm^3 y un peso específico de referencia para la bentonita FEBEX de $2,7 \text{ g/cm}^3$. Al tratarse,

en muchos casos, de agua adsorbida, la densidad del agua puede ser $>1 \text{ g/cm}^3$, dando lugar a grados de saturación inexactos $>100 \%$ (Marcial, 2011; Villar, 2002).

Tabla 5.5. Características de las muestras sin interfase antes y después del primer ensayo de saturación (Fase 1).

Ensayo	ϕ (cm)	Valores iniciales tras compactación				Tiempo saturación (días)	Presión saturación (MPa)	Tras finalizar Fase 1		
		h inicial (cm)	ρ_d inicial (g/cm ³)	w inicial (%)	S_r inicial (%)			ρ_d saturada (g/cm ³)	w saturada (%)	S_r saturada (%)
BT1,3_38	3,8	5,20	1,26	13,9	33	161	0,6-1,2	1,28	36,7	90
BT1,3_50	5,0	4,98	1,29	14,9	37	345	0,2-0,4	1,34	40,4	107
BT1,3_50(2)	5,0	4,84	1,33	14,1	37	172	0,2-0,6	1,27	39,0	94
BT1,4_38	3,8	5,00 ^a	1,41 ^b	14,6	43 ^b	82	0,6	--	31,0	--
BT1,4_38_h2	3,8	2,03	1,38	14,8	42	209	0,6	1,44	35,5	110
BT1,4_50	5,0	5,00 ^a	1,50 ^b	14,7	49 ^b	79	0,6	--	35,2	--
BT1,5_38	3,8	5,00 ^a	1,52 ^b	13,6	48 ^b	174	0,6-1,0	--	27,9	--
BT1,5_38_h2	3,8	1,85	1,61	13,3	53	314	0,6	1,59	29,4	113
BT1,5_50	5,0	5,00 ^a	1,62 ^b	13,7	55 ^b	154	0,6-1,0	--	30,5	--
BT1,6_38	3,8	2,00 ^a	1,61 ^b	13,7	55 ^b	180	0,2-0,6	1,42	35,6	107
BT1,6_50	5,0	5,00 ^a	1,58 ^b	13,9	53 ^b	307	0,4-0,6	1,56	28,9	107
BT1,7_38	3,8	2,00 ^a	1,70 ^b	14,3	66 ^b	222	1,0	1,55	31,6	114
BT1,7_50	5,0	5,03	1,69	14,0	63	553	0,6-1,2	1,62	26,5	107
BT1,8_38	3,8	2,00 ^a	1,79 ^b	15,3	81 ^b	358	0,6-1,0	1,56	30,9	114
BT1,8_50_h2	5,0	2,05	1,75	13,5	67	300	0,6-1,0	1,60	29,7	116
Celda ranurada										
RT1,7_38	3,8	5,00	1,70	14,0	64	426	0,6-1,0	1,66	24,6	105

(a) Valor nominal. (b) Valores calculados a partir de la altura nominal (2,0 y 5,0 cm) por falta de valores comprobados.

Las muestras con densidades secas elevadas ($1,58\text{-}1,79 \text{ g/cm}^3$) experimentan una disminución en la densidad tras la fase de saturación. La causa estaría en la expansión de la muestra permitida por la compresión de los geotextiles usados como interfase entre el filtro de papel y los pistones de cierre. A pesar de la compresión previa de los geotextiles antes de su instalación, la presión de hinchamiento de la bentonita hace inevitable que estos disminuyan más su espesor. Sin embargo, las muestras de menor densidad seca inicial ($<1,38 \text{ g/cm}^3$) experimentan un aumento de su densidad, posiblemente a causa del colapso estructural sufrido durante la saturación.

Fase 2. 1^{er} Ensayo de *breakthrough*

La celda de acero se conecta a un equipo especialmente diseñado para calcular las presiones a las que tiene lugar el *breakthrough* (apartado 4.2.2). Al tratarse de una celda de acero rígida, no se aplica una presión confinante ya que es el hinchamiento de la propia bentonita durante la saturación, el que produce el sellado entre muestra y pared.

El ensayo consiste en aumentar progresivamente la presión de inyección de gas (200 kPa cada 24 h) aplicada a un depósito estanco colocado en un extremo de la muestra (depósito de entrada), mientras que el otro extremo (depósito de salida) permanece bajo condiciones próximas al vacío (~ 1 kPa). Los escalones, relativamente rápidos (200 kPa), tienen como objetivo que no sean los procesos de tipo difusivo los que marquen los comportamientos observados. Pese a establecerse un valor de vacío en el depósito salida, se observa siempre un ligero aumento de la presión generado en el momento de apertura de la conexión entre la muestra y el depósito de salida. Este ligero aumento de presión, aproximadamente de 2,5 kPa, se debe a la evaporación del agua de la muestra hasta alcanzar la presión de equilibrio del vapor a la temperatura del ensayo (~ 20 °C, L'Air liquid, 1976). Para un depósito de 75 cm³, serían necesarios alrededor de 2 mg de agua.

La presión de inyección se aumenta hasta que tiene lugar el *breakthrough*, que corresponde al momento a partir del cual comienza a registrarse un flujo de gas que atraviesa la muestra, definido por el aumento de la presión en el depósito de salida y el consiguiente descenso de presión en el depósito de entrada (nº 1, Figura 5.31). Se mantiene este estado hasta que las presiones en el depósito de entrada y salida de la muestra se mantienen constantes a lo largo del tiempo, indicando flujo nulo. Entonces, con la intención de aplicar otra vez una diferencia de presión suficiente para generar un nuevo *breakthrough*, se comienza a disminuir la presión de gas del depósito de salida (200 kPa cada 24 h), y, si no se produce al llegar al valor más bajo posible, se aumenta la presión del depósito de entrada hasta que tenga lugar el *breakthrough* (nº 2, Figura 5.31). Otra vez, se dejan estabilizar las presiones en ambos depósitos. Antes de extraer la celda del equipo para saturarla de nuevo, se comprueba si hay agua expulsada en el conducto de salida.

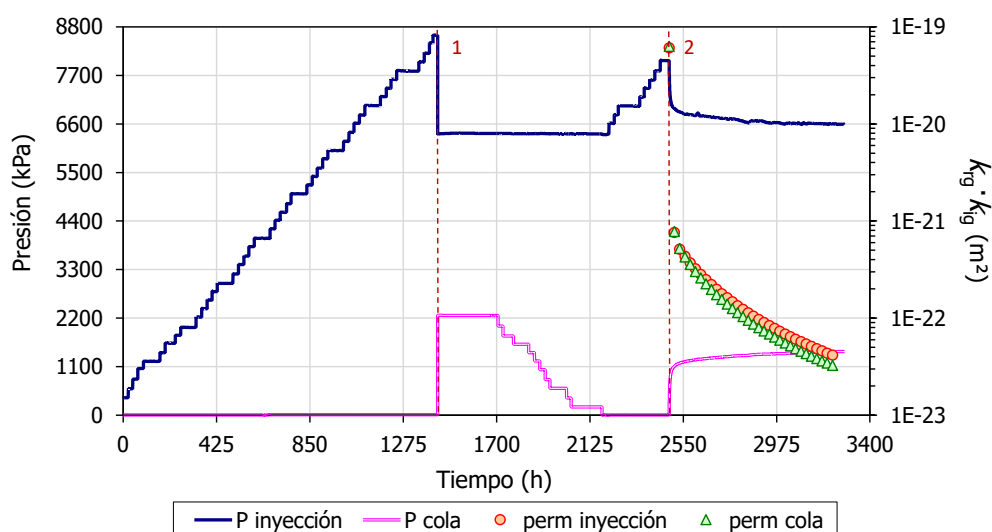


Figura 5.31. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,8_38.

Los **episodios de *breakthrough*** se producen cuando se establece una trayectoria continua para el paso de gas y están definidos por un cambio repentino y simultáneo de las presiones en los depósitos de entrada y salida; más precisamente, en este trabajo se llama *breakthrough* al aumento repentino de presión en el depósito de salida. La **presión de *breakthrough*** se calcula a partir de la diferencia entre la presión de inyección y la de salida (o presión de cola) al inicio del episodio de *breakthrough*. En la Tabla 5.6 vienen recogidas todas las presiones de *breakthrough* (P_{BT}) alcanzadas en los ensayos durante la Fase 2.

Las tendencias de evolución en las presiones de entrada y salida, una vez sucedido el episodio de *breakthrough*, podrían englobarse en dos tipos diferentes según la variación de presión: (1) instantáneos (aprox. 10-30 min, nº 1, Figura 5.31) y, (2) graduales (>1 h, nº 2, Figura 5.31). En los episodios de *breakthrough* **instantáneos**, la caída de presión sucede en menos de 1 h (“tiempo PostBT” < 1 h, Tabla 5.6) y, en los **graduales**, que se han observado más frecuentemente que los instantáneos, presentan una duración superior a 1 h (“tiempo PostBT” > 1 h, Tabla 5.6). Los diferentes tipos de *breakthrough* se analizan en detalle en el apartado 5.2.1.

Aunque en la mayoría de los episodios, las presiones en ambos depósitos cambian de manera simultánea tras el *breakthrough*, existen casos en los que la presión en el depósito de entrada disminuye antes de que empiece a aumentar la presión en el depósito de salida. Se considera que se produce una **entrada de gas previa** a la muestra cuando se registra una disminución en la presión del depósito de entrada, en ausencia de un aumento de presión en el depósito de salida. No se considera que ha tenido lugar el episodio de *breakthrough* hasta que no se registra un aumento en la presión del depósito de salida. Este desfase entre la presión de entrada y salida significa que cierta cantidad de gas queda almacenada en el interior de la muestra antes de establecerse un flujo continuo entre ambos extremos. En la Tabla 5.6 se incluye la fracción de porosidad ocupada en cada muestra por el gas antes de que suceda el episodio (n_{gas}/n). Dicho proceso se analiza detalladamente en el apartado 5.2.2.

Tras el episodio de *breakthrough*, las presiones de ambos depósitos tienden a estabilizarse, en la mayoría de los casos (Figura 5.31). Cuando cesa el flujo de gas, el valor de la diferencia (estable) de presión entre los depósitos es denominado **presión residual**. Se considera que a esa presión se produce el cierre total de las trayectorias establecidas previamente (Tabla 5.6, P_{resi}); aunque hay excepciones en las que no se llegan a cerrar. Las presiones residuales se discuten en el apartado 5.2.4.

Como ya se ha comentado, durante el ensayo, se fuerza a la muestra a experimentar dos o tres **episodios de *breakthrough* consecutivos** para corroborar si los caminos establecidos durante el primer episodio se mantienen abiertos o siguen siendo vías preferentes de transporte de gas una vez estabilizadas las presiones en ambos depósitos. Con frecuencia, las presiones de *breakthrough* registradas en los primeros episodios son, en su mayoría, superiores a las presiones de los segundos, sobre todo si estos primeros son graduales (por ejemplo, los ensayos BT1,3_38 y BT1,6_38, Tabla 5.6). Sin embargo, los segundos episodios precedidos de episodios instantáneos presentan valores de presión más parecidos entre sí (por ejemplo, los ensayos BT1,4_38_h2 y BT1,5_38, Tabla 5.6), que si van precedidos por un episodio gradual (por ejemplo, el ensayo BT1,3_50(2)). El análisis conjunto de cómo evolucionan los episodios de *breakthrough* se realiza en el apartado 5.2.5.

El procedimiento seguido establece que los escalones, tanto de subida como de bajada, sean de 200 kPa con una duración de 24 horas y la presión inicial de inyección sea de 400 kPa. Sin embargo, en alguna de las **muestras iniciales “piloto”** (Tabla 5.6), se sometieron a patrones distintos mientras se fijaba el protocolo definitivo. Además, en alguno de los ensayos, se inyectó gas en ambos sentidos (en la parte superior e inferior de la muestra), para determinar si la gradación vertical de las partículas durante el montaje y la compactación (Figura 5.29) influye en el transporte de gas. La influencia de las condiciones experimentales se detalla en el apartado 5.2.6.

Aunque el objetivo inicial de los ensayos de *breakthrough* no es el cálculo de la **permeabilidad**, ya que no existe la manera adecuada de hacerlo con flujo de gas en sistemas completamente saturados, si tras el *breakthrough*, tiene lugar un cambio gradual en los valores de presión de los depósitos de entrada y salida de la muestra (episodios de *breakthrough* graduales, con una duración >1 h), se calcula la permeabilidad efectiva (episodio nº 2, Figura 5.31). Esta última resulta del producto entre la permeabilidad intrínseca y la permeabilidad relativa al gas, $k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m^2), y, a partir de ella, se calcula la permeabilidad al gas (m/s) que depende de las propiedades del gas usado (densidad y viscosidad). Dado el tipo de procesos implicados en el transporte de gas a través de muestras completamente saturadas solo es posible obtener una permeabilidad efectiva “aparente” a partir de las ecuaciones del modelo de flujo bifásico, suponiendo el caso de fluidos inmiscibles, que describen el transporte en una fase gaseosa.

La permeabilidad efectiva (m^2) que se ha considerado para cada episodio de *breakthrough* (Tabla 5.6) corresponde al valor medio de las dos permeabilidades más bajas obtenidas en el depósito de entrada y salida (normalmente semejantes). Las permeabilidades al gas (m/s) obtenidas en cada uno de los depósitos son distintas debido a la diferencia de la densidad del gas en ambos extremos y, aunque se analizan en el apartado 5.2.7, no se incluyen en la Tabla 5.6 por no considerarse las propias del material y variar en función de las propiedades del gas utilizado. Desde un punto de vista conservador, se escogen los valores de permeabilidad más bajos ya que acentuarían la sobrepresión entre el contenedor y la barrera de bentonita.

La Tabla 5.6 recoge los parámetros analizados en la Fase 2: (1) número de episodio de *breakthrough* (N° BT), (2) tiempo transcurrido antes del episodio (t PreBT), (3) fracción de porosidad ocupada por el gas antes de que suceda el episodio (n_{gas}/n), (4) presión de *breakthrough* (P BT), (5) tiempo entre el episodio y el cese del flujo de gas (t PostBT), (6) presión residual (P resi), (7) permeabilidad efectiva ($k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$, m^2) y (8) densidad seca (ρ_d), humedad (w) y grado de saturación (S_r) tras finalizar Fase 2.

Tabla 5.6. Parámetros analizados en las muestras sin interfase durante la Fase 2.

Ensayo	Nº BT	t PreBT ^b (h)	n _{gas} /n (%)	P BT (kPa)	t PostBT ^c (h)	P resi (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^d (m ²)	Tras finalizar Fase 2		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
BT1,3_38	1	400	1,77	2600	44	800	4,0·10 ⁻²⁰	1,42	35,4	107
	2	52	--	1400	1481	800	6,1·10 ⁻²²			
	3	81	--	1600	1587	800	5,8·10 ⁻²²			
BT1,3_50	1	180	0,61	1500	184	500	1,8·10 ⁻²⁰	1,33	40,3	106
BT1,3_50(2)	1	217	1,37	1400	360	700	8,6·10 ⁻²²	1,35	38,3	103
	2	22	--	1000	480	700	2,8·10 ⁻²¹			
BT1,4_38 ^a	1	1373	4,18	4014	184	1600	4,2·10 ⁻²²	--	30,9	--
BT1,4_38_h2	1	449	--	2800	<1	10	--	1,39	33,1	95
	2	359	--	2400	642	130	7,9·10 ⁻²³			
BT1,4_50 ^a	1	25	1,56	1000	1388	0	4,7·10 ⁻²⁰	--	35,0	--
BT1,5_38 ^a	1	1577	7,05	9100	1	4500	--	--	27,3	--
	2	664	3,96	9300	654	7300	1,3·10 ⁻²³			
	3	432	--	8200	144	7200	3,8·10 ⁻²²			
BT1,5_38_h2	1	1303	--	6800	197	3900	3,9·10 ⁻²²	1,55	28,5	104
BT1,5_50 ^a	1	1251	9,61	7100	72	0	8,6·10 ⁻²⁰	--	29,2	--
BT1,6_38 ^a	1	205	--	3400	690	1400	8,8·10 ⁻²²	1,42	34,5	104
	2	171	--	2300	1017	1300	4,1·10 ⁻²²			
	3	102	--	1800	1473	1400	2,0·10 ⁻²²			
BT1,6_50	1	1697	4,19	8200	--	2500	5,9·10 ⁻²²	1,54	28,2	101
BT1,7_38	1	1132	--	6000	<1	700	--	1,50	30,5	102
	2	972	--	5500	1205	3600	6,2·10 ⁻²³			
BT1,7_50	1	2235	--	11300	--	600	1,3·10 ⁻²¹	1,58	26,0	100
BT1,8_38	1	1432	4,76	8600	<1	4100	--	1,54	30,3	108
	2	779	4,04	8000	799	5100	3,7·10 ⁻²³			
BT1,8_50_h2	1	1373	2,51	8000	<1	100	--	1,54	28,3	102
	2	1275	6,90	6400	1028	3100	1,7·10 ⁻²³			
Celda ranurada										
RT1,7_38	1	2755	--	15800	73	10100	1,3·10 ⁻²¹	1,61	24,4	98
	2	962	0,57	14800	501	10900	1,6·10 ⁻²³			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (<1 h corresponde a episodio instantáneo). (d) Mínimo valor.

Fase 3. Resaturación

Las muestras se saturan de nuevo tras la Fase 2, comprobando su masa y su altura antes de conectar la celda al equipo de saturación.

En la Tabla 5.7 vienen reflejadas las principales características, antes y después del segundo ensayo de saturación (Fase 3), de forma similar a la Tabla 5.5.

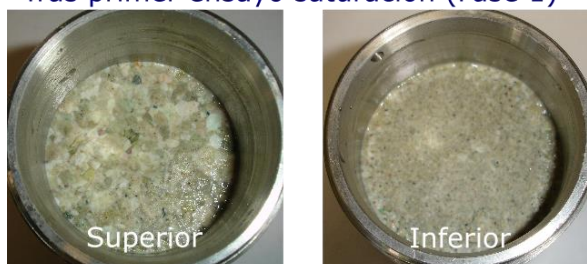
Tabla 5.7. Características de las muestras sin interfase antes y después del segundo ensayo de saturación (Fase 3).

Ensayo	ϕ (cm)	Tras finalizar Fase 2				Tiempo saturación (días)	Presión saturación (MPa)	Tras finalizar Fase 3		
		h Fase 2 (cm)	ρ_d Fase 2 (g/cm ³)	w Fase 2 (%)	S_r Fase 2 (%)			ρ_d resaturada (g/cm ³)	w resaturada (%)	S_r resaturada (%)
BT1,3_38	3,8	4,60	1,42	35,4	107	128	0,6	1,42	34,9	105
BT1,3_50	5,0	4,82	1,33	40,3	106	209	0,6-0,7	1,33	40,3	105
BT1,3_50(2)	5,0	4,77	1,35	38,3	103	154	0,2	1,34	38,9	104
BT1,4_38	3,8	--	--	30,9	--	113	0,6	1,48	32,2	106
BT1,4_38_h2	3,8	2,01	1,39	33,1	95	307	0,6	1,40	33,4	98
BT1,4_50	5,0	--	--	35,0	--	54	0,8-1,0	--	37,1	--
BT1,5_38	3,8	--	--	27,3	--	100	1,0	1,54	29,2	105
BT1,5_38_h2	3,8	1,92	1,55	28,5	104	261	0,6-2,0	1,50	30,0	101
BT1,5_50	5,0	--	--	29,2	--	153	1,0	1,49	31,2	104
BT1,6_38	3,8	2,26	1,42	34,5	104	164	0,6-1,0	1,46	35,3	113
BT1,6_50	5,0	5,14	1,54	28,2	101	224	0,6	1,50	30,4	102
BT1,7_38	3,8	2,28	1,50	30,5	102	164	0,6-1,0	1,52	31,7	111
BT1,7_50	5,0	5,36	1,58	26,0	100	273	0,6-2,3	1,56	27,5	101
BT1,8_38	3,8	2,33	1,54	30,3	108	271	0,6-0,7	1,54	32,3	115
BT1,8_50_h2	5,0	2,33	1,54	28,3	102	261	0,6-2,2	1,47	32,2	104
Celda ranurada										
RT1,7_38	3,8	5,26	1,61	24,4	98	83	0,6	1,63	25,2	103

Las variaciones de la densidad seca (Tabla 5.7), antes y después de la resaturación (Fase 3), no son tan pronunciadas pues las muestras modificaron ya su estructura durante la primera saturación (Tabla 5.5). Se sigue observando una ligera disminución de la densidad seca en las muestras de mayor densidad seca (1,54-1,58 g/cm³) como consecuencia de los procesos descritos para la Fase 1, mientras que las de menor densidad seca mantiene sus valores estables.

La textura de las superficies accesibles de la muestra varía tras las saturaciones (Fases 1 y 2), haciéndose menos nítido el contacto entre los granos (Figura 5.32). En alguna de las muestras se midió la permeabilidad al agua.

Tras primer ensayo saturación (Fase 1)



Etapa final: desmontaje

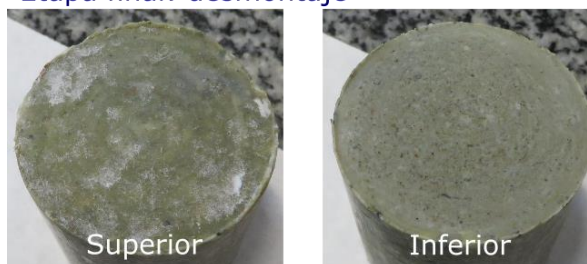


Figura 5.32. Aspecto de la parte superior e inferior de la muestra BT1,3_50 tras el primer ensayo de saturación (Fase 1) y tras el desmontaje.

Fase 4. 2º Ensayo de *breakthrough*

Las muestras se vuelven a poner en el equipo de *breakthrough* y se repite el procedimiento descrito para la Fase 2. Se fuerza a la muestra a experimentar otro ensayo de *breakthrough* tras su resaturación para corroborar si las trayectorias establecidas durante el primer ensayo de *breakthrough* permanecen abiertas o se produce un sellado completo que precisa de la generación de nuevas trayectorias.

La Tabla 5.8 recoge los parámetros analizados en la Fase 4, similares a los de la Fase 2 (Tabla 5.6).

Al comparar los valores de presión registrados en los primeros episodios de la Fase 2 (Tabla 5.6) y 4 (Tabla 5.8), estos pueden ser: (1) iguales, (2) la presión de *breakthrough* del primer episodio de la Fase 2 es ligeramente superior a su correspondiente en la Fase 4 y, (3) la presión de *breakthrough* del primer episodio de la Fase 2 es ligeramente inferior a su correspondiente en la Fase 4. El análisis en detalle se realiza en el apartado 5.2.5.

Tabla 5.8. Parámetros analizados en las muestras sin interfase durante la Fase 4.

Ensayo	Nº BT	t PreBT ^b (h)	n _{gas} /n (%)	P BT (kPa)	t PostBT ^c (h)	P resi (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^d (m ²)	Tras finalizar Fase 4		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
BT1,3_38	1	461	1,77	2700	<1	0	--	1,42	33,8	102
	2	364	--	2200	<1	0	--			
BT1,3_50	1	205	1,07	1600	802	500	4,3·10 ⁻²²	1,36	37,5	103
	2	71	--	1000	1824	600	8,7·10 ⁻²²			
BT1,3_50(2)	1	213	0,36	1600	210	500	1,1·10 ⁻²¹	1,36	38,3	105
	2	68	--	800	849	600	1,5·10 ⁻²¹			
BT1,4_38	1	1201	0,55	6600	3	3300	1,6·10 ⁻¹⁹	1,48	31,4	102
	2	166	--	4200	936	3300	4,0·10 ⁻²³			
BT1,4_38_h2	1	482	--	3200	<1	0	--	1,41	32,8	97
	2	479	7,58	2800	<1	0	--			
BT1,4_50 ^a	1	320	5,69	2900	480	900	6,0·10 ⁻²²	1,37	35,9	100
	2	--	--	1500	1070	1100	5,8·10 ⁻²²			
	3	1	--	1600	667	1200	1,6·10 ⁻²¹			
BT1,5_38	1	1662	--	7000	<1	3900	--	1,53	28,8	102
	2	583	--	7000	1	4400	--			
	3	363	--	6700	777	4700	3,0·10 ⁻²³			
BT1,5_50 ^a	1	1199	7,98	7500	197	0	1,2·10 ⁻²¹	1,50	29,4	100
	2	<1	--	200	25	0	5,5·10 ⁻²⁰			
BT1,6_38	1	556	--	3800	<1	400	--	1,46	33,8	107
	2	459	5,20	2900	<1	100	--			
BT1,6_50	1	1749	6,34	8000	--	2300	1,3·10 ⁻²²	1,48	29,5	96
BT1,7_38	1	1206	--	6800	<1	200	--	1,53	30,7	108
	2	1176	2,66	6200	667	3600	3,4·10 ⁻²²			
BT1,8_38	1	1187	1,29	7200	<1	300	--	1,56	29,2	108
	2	1261	--	7100	<1	400	--			
Celda ranurada										
RT1,7_38 ^a	1	701	3,02	15000	7	7600	--	1,61	24,6	98
	2	913	--	11700	1166	9700	6,8·10 ⁻²³			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (<1 h corresponde a episodio instantáneo). (d) Mínimo valor.

Cambios en las propiedades de las muestras durante los ensayos

Durante el transcurso de los ensayos de saturación y *breakthrough*, las muestras experimentan cambios en sus propiedades como en la densidad seca (a través del cambio en altura, Tabla 5.9), y grado de saturación (a través del cambio en humedad y densidad, Tabla 5.10).

Durante la saturación, aunque la bentonita se encuentre confinada en el interior de la celda de acero, es posible cierta expansión debido a la compresión de los geotextiles presentes en ambos extremos. Además, en las muestras con una densidad seca $<1,44 \text{ g/cm}^3$, también pueden sufrir una ligera compresión durante el ensayo de *breakthrough* debido a las elevadas presiones aplicadas durante dicho ensayo (Tabla 5.9).

Tabla 5.9. Evolución de la altura y la densidad seca (calculada a partir de las alturas) de las muestras sin interfase desde su fabricación (Inicial) y al finalizar cada una de las Fases (F 1, 2, 3 y 4).

Ensayo	h (cm)					$\rho_d (\text{g/cm}^3)$				
	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4
BT1,3_38	5,20	5,10	4,60	4,60	4,60	1,26	1,28	1,42	1,42	1,42
BT1,3_50	4,98	4,81	4,82	4,84	4,71	1,29	1,34	1,33	1,33	1,36
BT1,3_50(2)	4,84	5,06	4,77	4,79	4,72	1,33	1,27	1,35	1,34	1,36
BT1,4_38	--	--	--	4,75	4,78 ^a	--	--	--	1,48	1,48
BT1,4_38_h2	2,03	1,94	2,01	1,99	1,98	1,38	1,44	1,39	1,40	1,41
BT1,4_50	--	--	--	--	5,45	--	--	--	--	1,37
BT1,5_38	--	--	--	4,94	4,98	--	--	--	1,54	1,53
BT1,5_38_h2	1,85	1,88	1,92	1,87	--	1,61	1,59	1,55	1,50	--
BT1,5_50	--	--	--	5,42	5,38	--	--	--	1,49	1,50
BT1,6_38	--	2,26	2,26	2,20	2,20 ^a	--	1,42	1,42	1,46	1,46
BT1,6_50	--	5,07	5,14	5,29	5,36	--	1,56	1,54	1,50	1,48
BT1,7_38	--	2,20	2,28	2,24	2,23	--	1,55	1,50	1,52	1,53
BT1,7_50	5,03	5,25	5,36	5,44 ^a	--	1,69	1,62	1,58	1,56	--
BT1,8_38	--	2,30	2,33	2,33	2,29	--	1,56	1,54	1,54	1,56
BT1,8_50_h2	2,05	2,25	2,33	2,37	--	1,75	1,60	1,54	1,47	--
Celda ranurada										
RT1,7_38	5,00	5,12	5,26	5,22	5,27	1,70	1,66	1,61	1,63	1,61

(^a) Valores correspondientes al desmontaje por falta de comprobación.

A su vez, las muestras sufren cambios en la humedad y el grado de saturación después de estar sometidas a ensayos de saturación y/o de *breakthrough* (Tabla 5.10). En términos generales, la bentonita aumenta su humedad y su grado de saturación durante la saturación, y ambos parámetros disminuyen tras los ensayos de *breakthrough*.

Tabla 5.10. Evolución de la humedad y el grado de saturación de las muestras sin interfase desde su fabricación (Inicial) y al finalizar cada una de las Fases (F 1, 2, 3 y 4).

Ensayo	w (%)					S _r (%)				
	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4
BT1,3_38	13,9	36,7	35,4	34,9	33,8	33	90	107	105	102
BT1,3_50	14,9	40,4	40,3	40,3	37,5	37	107	106	105	103
BT1,3_50(2)	14,1	39,0	38,3	38,9	38,3	37	94	103	104	105
BT1,4_38	14,6	31,0	30,9	32,2	31,4	--	--	--	106	102
BT1,4_38_h2	14,8	35,5	33,1	33,4	32,8	42	110	95	98	97
BT1,4_50	14,7	35,2	35,0	37,1	35,9	--	--	--	--	100
BT1,5_38	13,6	27,9	27,3	29,2	28,8	--	--	--	105	102
BT1,5_38_h2	13,3	29,4	28,5	30,0	--	53	113	104	101	--
BT1,5_50	13,7	30,5	29,2	31,2	29,4	--	--	--	104	100
BT1,6_38	13,7	35,6	34,5	35,3	33,8	--	107	104	113	107
BT1,6_50	13,9	28,9	28,2	30,4	29,5	--	107	101	102	96
BT1,7_38	14,3	31,6	30,5	31,7	30,7	--	114	102	111	108
BT1,7_50	14,0	26,5	26,0	27,5	--	63	107	100	101	--
BT1,8_38	15,3	30,9	30,3	32,3	29,2	--	114	108	115	108
BT1,8_50_h2	13,5	29,7	28,3	32,2	--	67	116	102	104	--
Celda ranurada										
RT1,7_38	14,0	24,6	24,4	25,2	24,6	64	105	98	103	98

El análisis conjunto de las variaciones sufridas por este conjunto de parámetros viene dado en el apartado 5.2.8.

Estado final de las muestras

Tras finalizar los ensayos, se extraen las muestras de sus respectivas celdas y se procede a realizar una serie de análisis por secciones: humedad y densidad seca, porosimetría por intrusión de mercurio y determinación de los espaciados basales mediante difracción de rayos X. Dichos análisis se realizan con la intención de detectar cambios estructurales inducidos por el transporte de gas. La Tabla 5.11 resume las determinaciones y técnicas que se han realizado en los análisis post mortem. El análisis de cada uno de los parámetros analizados se realiza en el apartado 5.2.9.

Tabla 5.11. Medidas directas, determinaciones y técnicas realizadas post mortem.

Tipo Muestra	Ensayo realizado	Medidas directas (dimensión y peso)	Humedad, w (%)	Densidad seca mediante inmersión en Hg	Porosimetría	DRX
FEBEX	Breakthrough	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí
			3 ó 2 secciones dependiendo altura (5 ó 2 cm) / parte interna y externa	3 ó 2 secciones dependiendo altura (5 ó 2 cm) / parte interna y externa	(En alguna muestra)	(En alguna muestra)

Los detalles experimentales de cada uno de estos ensayos y sus resultados se incluyen en el Anexo IV.

En los ensayos de *breakthrough* se pretende determinar principalmente qué presión de gas es capaz de soportar la bentonita compactada y saturada y, en el caso de tenga lugar el flujo de gas a través de la muestra, cómo tiene lugar (determinar los procesos de transporte de gas involucrados) y cómo le afecta el cambio en las propiedades del material (densidad seca, humedad, grado de saturación, dimensiones, etc.). Además, es conveniente analizar la relación de la presión de *breakthrough* con otras variables del material como la presión de entrada de aire, la densidad seca o presión de hinchamiento (apartado 5.2.3).

En el siguiente apartado, en primer lugar, se procede a clasificar los **tipos de episodios de *breakthrough*** hallados (apartado 5.2.1) para, a continuación, analizar el proceso de *breakthrough* desde el momento previo a que suceda (análisis **entrada previa de gas**, apartado 5.2.2) hasta que tiene lugar el cese de flujo de gas a través de la muestra (**presión residual**, apartado 5.2.4).

Además:

- Se analiza la **evolución de las presiones de *breakthrough*** durante un mismo ensayo y entre diferentes ensayos (apartado 5.2.5).
- Se evalúa la influencia de las **condiciones experimentales** como las pautas de presión establecidas, el sentido de inyección de gas en la celda además de las dimensiones de las muestras (apartado 5.2.6).
- Se procede al análisis de los valores de **permeabilidad** obtenidos (apartado 5.2.7).
- Se analizan los **cambios** que se producen en las variables antes y después de los ensayos de *breakthrough* (densidad seca, altura, humedad y grado de saturación, apartado 5.2.8).

Y, por último, el **estado final** en el que se encuentran las muestras puede aportar información sobre los procesos que han tenido lugar durante el transporte de gas (apartado 5.2.9).

Todos estos aspectos van a ser tratados en detalle en el siguiente apartado.

5.2.1. Tipos de breakthrough

Los episodios de *breakthrough* corresponden a un cambio más o menos repentino de las presiones en los depósitos de entrada y salida; más concretamente, en este trabajo se considera *breakthrough* al aumento de presión en el depósito de salida, mientras que la disminución de presión en el depósito de entrada se corresponde única y exclusivamente a una entrada de gas previa. Como se va a ver, ambos momentos pueden ser simultáneos o no.

Las tendencias de evolución en las presiones de entrada y salida, una vez sucedido el episodio de *breakthrough*, podrían englobarse en dos tipos diferentes según el tiempo de estabilización de las presiones de gas: (1) instantáneos (entre 10 y 30 min) y, (2) graduales (>1 h).

En los episodios de *breakthrough* **instantáneos**, no es posible la obtención de valores de permeabilidad porque involucran otros procesos que no responden al modelo de flujo utilizado en el cálculo de la permeabilidad. Dentro de los tipos de episodios de *breakthrough* instantáneos, pueden diferenciarse tres patrones en función del tiempo de estabilización: (1) las presiones se estabilizan en un único periodo de medida (es decir, en menos de 10 min, Figura 5.33a); (2) las presiones se estabilizan casi en el primer periodo (>90 %) y totalmente en el segundo entre 10 y 20 min (Figura 5.33b); y por último, en el tercer tipo, (3) las presiones se estabilizan en su mayor parte en los dos primeros periodos (>75 %), necesitando aproximadamente 1 h para su total estabilización (comportamiento asintótico, Figura 5.33c).

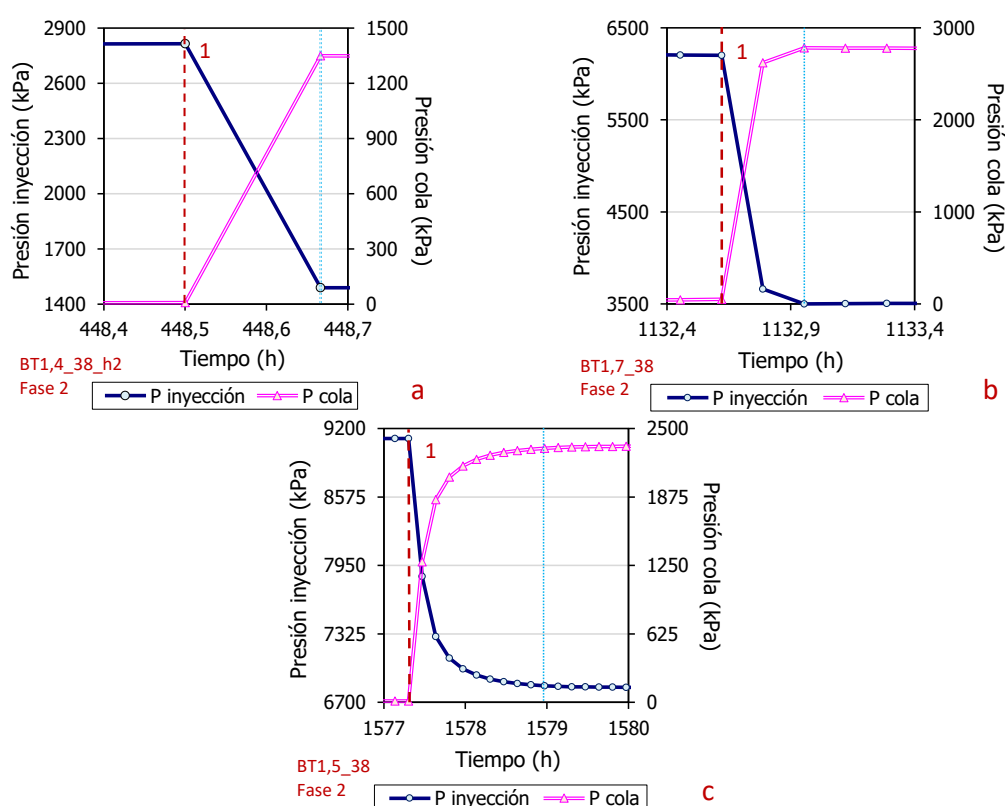


Figura 5.33. Evolución de los valores de presión de inyección y cola durante los tres tipos distintos de episodios de *breakthrough* instantáneos (el 1 indica que son los primeros episodios de la Fase 2).

Los episodios de *breakthrough* **graduales** se han encontrado con más frecuencia que los instantáneos, y es posible calcular una permeabilidad “aparente”, a partir del flujo de gas calculado de los cambios de presión en los depósitos de entrada y salida.

A un episodio gradual nunca le sigue uno instantáneo (Figura 5.34) pero, sin embargo, un instantáneo puede ir seguido de otro instantáneo (Figura 5.35) o de uno gradual (Figura 5.36).

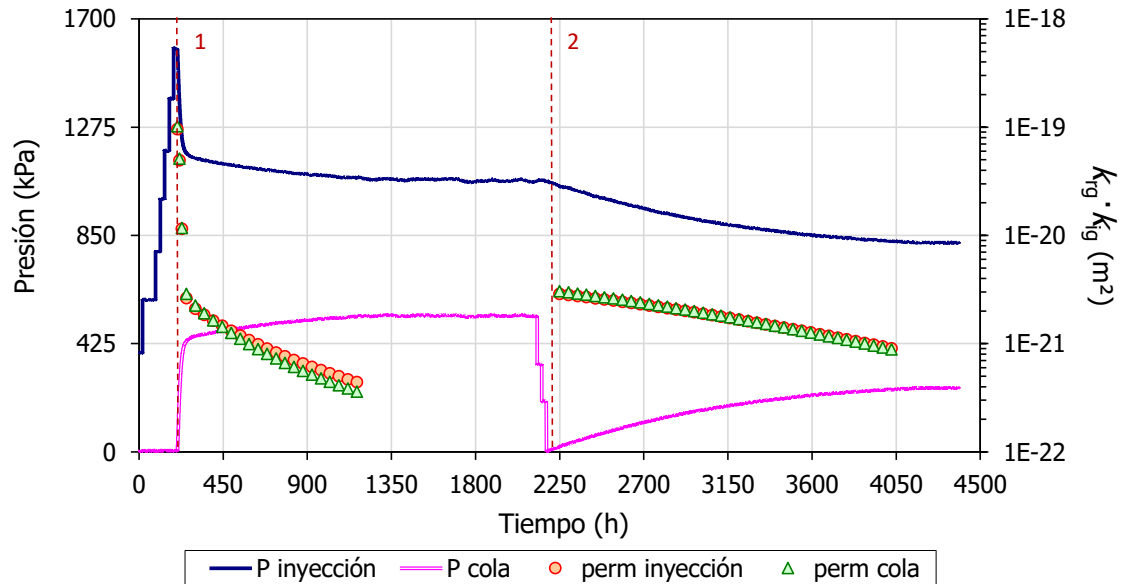


Figura 5.34. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50.

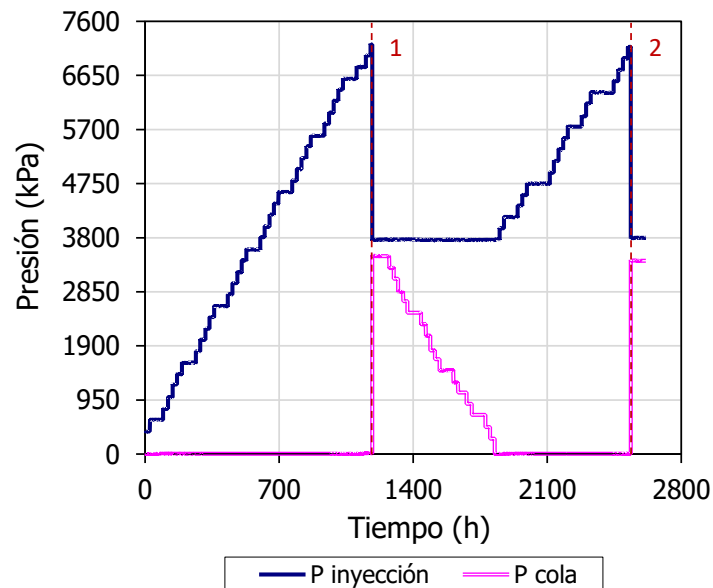


Figura 5.35. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 4 del ensayo BT1,8_38.

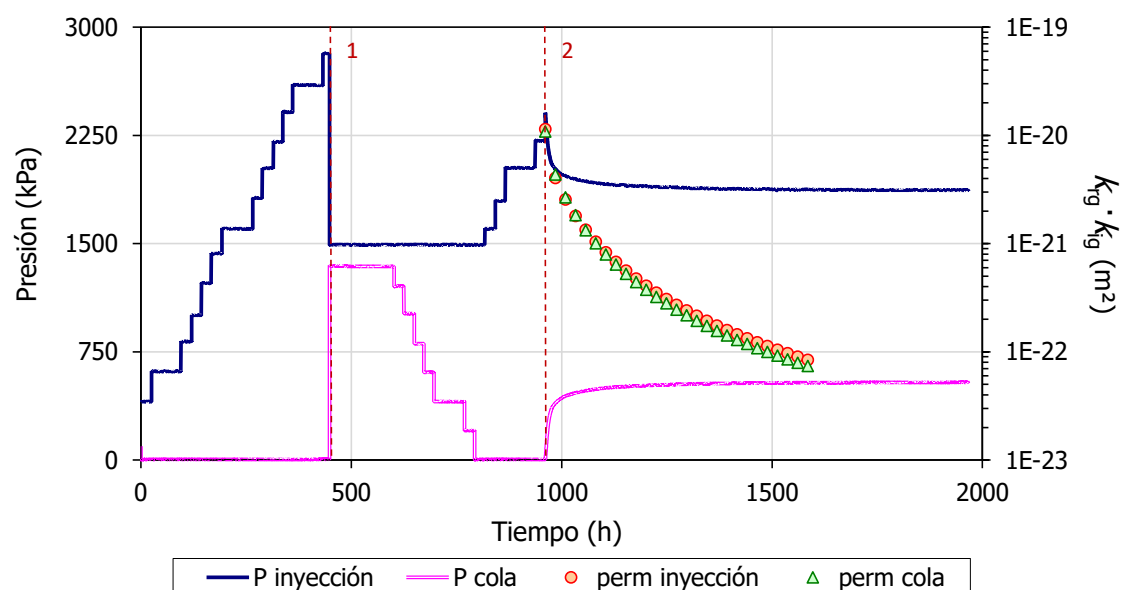


Figura 5.36. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,4_38_h2.

Como ejemplo tipo de la relación entre la diferencia de presión entre los extremos de la muestra y el flujo de gas se muestra la Fase 2 del ensayo BT1,8_38 (Figura 5.37). Al inicio del episodio de *breakthrough*, la muestra se encuentra sometida a una diferencia máxima de presión, que permite establecer la conexión de un flujo de gas entre ambos extremos (Figura 5.37, línea discontinua). Inicialmente, hay un flujo reducido de gas porque solo están establecidas las primeras trayectorias; transcurrido un período de medida, el flujo de gas aumenta, probablemente por un ensanchamiento y/o apertura de nuevos trayectos, conforme el gas se transporta a través de la muestra. Sin embargo, como en el extremo de entrada no existe un aporte continuo de gas, la diferencia de presión disminuye, dificultando el mantenimiento de las trayectorias, lo que reduce el flujo de gas hasta su desaparición total. La Figura 5.37 recoge esos sucesivos cambios de tendencia en el flujo de gas (delimitados por líneas continuas).

Los flujos de gas calculados a partir de los cambios de presión reflejan modificaciones en las trayectorias por las que circula el gas, siendo estas de mayor sección, más numerosas, o más estables cuando el flujo de gas es más elevado (mayor variación de presión). El desplazamiento local del agua de poro (desde los poros mayores hacia los menores) permite al gas invadir paulatinamente la muestra, lo que explica tanto el establecimiento de trayectorias de paso, como los cambios en la sección y en el número de trayectorias.

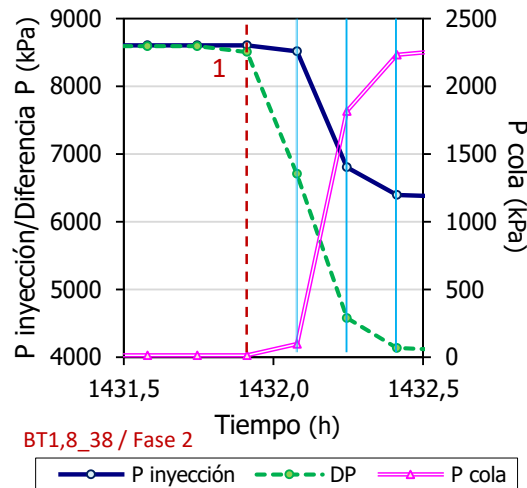


Figura 5.37. Evolución de las presiones de inyección-cola y la diferencia de presión (DP) frente al tiempo en uno de los episodios de breakthrough sucedido en la Fase 2 del ensayo BT1,8_38.

Los cambios de presiones en los episodios de *breakthrough* graduales responden a comportamientos de tipo exponencial, decrecientes y crecientes, según sean de entrada y salida, respectivamente.

Como se explica más adelante, los valores de presión de *breakthrough* obtenidos en estos ensayos han estado principalmente comprendidos entre 1,0 y 10,0 MPa, dependiendo de la densidad seca (Tabla 5.6 y Tabla 5.8).

5.2.2. Entrada de gas previa al episodio de *breakthrough*

Algunos autores han intentado relacionar el valor de presión de *breakthrough* con la presión de entrada de aire (o gas, en el contexto de un almacén de residuos donde además de aire existen otros gases, Volckaert *et al.*, 1995) definida por la curva de retención (Hildenbrand *et al.*, 2002). Esta presión corresponde al valor de succión matricial a partir del cual el aire es capaz de entrar en la estructura porosa.

La presión de entrada de aire para un material se obtiene mediante la curva de retención de agua realizada para diferentes densidades secas a volumen constante (condición bajo la cual se realizan los ensayos de *breakthrough*). Los resultados se ajustan a la expresión empírica de Van Genuchten (Van Genuchten, 1980), donde el parámetro P está relacionado con el valor de presión de entrada de aire.

Para la bentonita FEBEX, el valor obtenido en dicho ajuste es de 67 y 147 MPa para densidades secas de 1,60 y 1,75 g/cm³, respectivamente. Además, las presiones de entrada de aire, deducidas a partir de porosimetrías, son superiores a 20 MPa para densidades secas entre 1,30 y 1,60 g/cm³ (Villar *et al.*, 2012d).

Estas presiones de entrada de aire son, en ambos casos, muy superiores a las presiones de *breakthrough* medidas experimentalmente (Tabla 5.6 y Tabla 5.8), lo que indicaría que no se trata de un proceso capilar, siendo prácticamente imposible que tenga lugar un flujo bifásico en este material saturado. El flujo de gas debe producirse a través de trayectorias formadas y propagadas por cambios en los esfuerzos mecánicos (por variaciones localizadas de la presión efectiva), desde el extremo de inyección de gas al extremo opuesto (Pusch y

Forsberg, 1983; Horseman *et al.*, 1999). Este flujo, localizado a través de ciertas zonas, no parece afectar al estado de esfuerzos total de la muestra (Popp *et al.*, 2014).

Estas trayectorias estarían generadas por series o agrupaciones de cambios estructurales de menor dimensión (desplazamientos, dilataciones, micro-fracturaciones). Debido a la variabilidad del campo de esfuerzos a microescala, resulta plausible que el gas se transporte por aquellas trayectorias por las que los esfuerzos son menores (Marschall *et al.*, 2005).

En ausencia de estas trayectorias, la bentonita saturada es, en la práctica, impermeable al gas para las presiones y los tiempos utilizados en los ensayos. Con presiones superiores o similares a la presión teórica de entrada de gas, se podría producir el desplazamiento de agua y desaturación de los poros de mayor tamaño presentes, produciendo un flujo bifásico si estos se encuentran interconectados.

En la mayoría de los episodios de *breakthrough* medidos en estos ensayos, las presiones en ambos depósitos cambian de manera simultánea, pero existen casos en los que la presión en el depósito de entrada disminuye ligeramente en ausencia del aumento simultáneo de presión en el depósito de salida.

Este desfase entre la presión de entrada y salida, observado también por otros autores (Harrington *et al.*, 2012), significa que cierta cantidad de gas penetra en el interior de la muestra antes de establecerse un flujo entre ambos extremos. Este gas se almacenaría en un cierto número de trayectorias establecidas antes de que se produzca el transporte (Harrington *et al.*, 2012), o por compresión de los poros o desplazamiento de agua intersticial (Romero, 2013).

Conviene no confundir la presión de entrada de aire correspondiente a la curva de succión (con desplazamiento de agua capilar), con la debida a procesos mecánicos locales (compresión y desplazamiento de agua en macroporos). Esta observación está relacionada con el tipo de metodología seguido, en el que la presión de entrada se aumenta progresivamente cada 24 h si no ha habido un claro episodio de *breakthrough*, aunque en alguno de los casos, ya se podría estar produciendo una entrada de gas a la muestra.

Considerando condiciones isotermas, la disminución de la presión de inyección previa al *breakthrough* se debe al aumento del volumen ocupado por el gas en la muestra (V_f) que se puede calcular, para cada escalón, mediante la siguiente expresión:

$$V_f = V_0 \cdot \frac{\Delta P}{P} \quad [5.8]$$

donde ΔP es la diferencia de presión entre el momento en que se inicia el escalón de presión y se finaliza (bien el escalón, bien se produce el *breakthrough*), V_0 es el volumen de la botella del depósito de entrada y P la presión inicial justo antes de la entrada de gas a la muestra.

No todas las muestras registran una entrada de gas previa y, dentro de aquellas en las que sí, existen dos posibilidades: (1) la entrada de gas tiene lugar en el último escalón realizado antes del *breakthrough* (Figura 5.38) y/o, (2) en varios escalones previos al *breakthrough* (Figura 5.39).

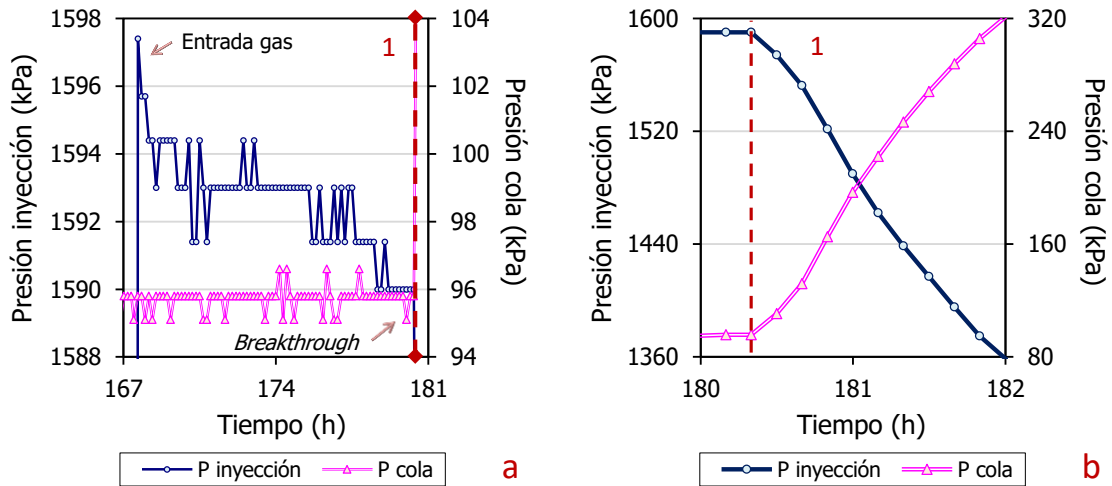


Figura 5.38. Ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del primer episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,3_50. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

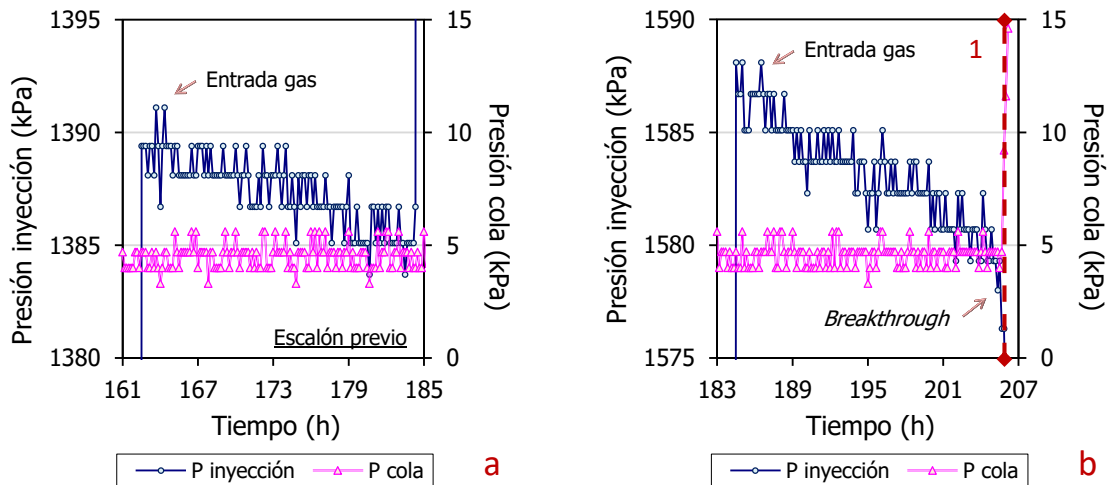


Figura 5.39. Ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al primer episodio de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50. a) Escalón previo, b) último escalón al breakthrough.

La Tabla 5.12 recoge los ensayos en los que se ha registrado una entrada de gas previa y la información detallada en esta es: (1) la fase y el número de episodio, (2) el número de escalones previos en los que ha tenido lugar entrada de gas, (3) el rango de presión para el cual se ha dado la entrada de gas (MPa), (4) presión de *breakthrough* (P BT, MPa), (5) el volumen total de gas acumulado en el interior (V_i , cm³), (6) el volumen de la muestra ($V_{muestra}$, cm³), (7) la porosidad ocupada por el gas (n_{gas} , %), (8) la porosidad (n , %), (9) la fracción de porosidad ocupada por el gas (n_{gas}/n , %) y, (10) tiempo transcurrido durante el proceso de acumulación de gas.

Según los valores de la Tabla 5.12, el volumen de gas acumulado antes del episodio de *breakthrough* en la muestra es reducido, lo que es lógico dado elevado grado de saturación. El gas ocupa una pequeña fracción de la porosidad de la muestra, preferentemente localizada en la zona de inyección.

Tabla 5.12. Episodios de breakthrough en los que se da entrada de gas previa a la muestra.

Ensayo	Fase / Nº episodio	Nº escalones	Rango P (MPa)		P BT (MPa)	V _i (cm³)	V _{muestra} ^a (cm³)	n _{gas} (%)	n ^a (%)	n _{gas} /n (%)	Tiempo (h)
BT1,3_38	2 / 1	1	2,6	--	2,6	0,31	52 ^b	0,59	47 ^b	1,24	41
	4 / 1	1	2,6	--	2,7	0,31		0,59		1,25	92
BT1,3_50	2 / 1	1	1,6	--	1,5	0,22	95	0,23	51	0,46	11
	4 / 1	2	1,6	1,4	1,6	0,36	93	0,39	50	0,78	42
BT1,3_50(2)	2 / 1	3	1,4	1,0	1,4	0,48	94	0,50	50	1,01	69
	4 / 1	1	1,6	--	1,6	0,12	93	0,13	50	0,27	20
BT1,4_38	2 / 1	4	5,2	4,6	5,2	0,70	54 ^b	1,28	45 ^b	2,83	146
	4 / 1	1	6,6	--	6,6	0,09		0,17		0,37	2
BT1,4_38_h2	4 / 2	2	2,6	2,4	2,8	0,58	22	2,56	49	5,37	93
BT1,4_50	2 / 1	1	1,0	--	1,0	0,60	107 ^b	0,56	45 ^b	1,14	20
	4 / 1	7	2,7	1,3	2,9	2,18		2,04		4,14	272
BT1,5_38	2 / 1	9	9,2	7,5	9,1	1,13	56 ^b	2,00	43 ^b	4,61	343
	2 / 2	6	9,4	7,4	9,3	0,63		1,12		2,58	178
BT1,5_50	2 / 1	11	7,1	5,1	7,1	2,99	106 ^b	2,83	44 ^b	6,39	381
	4 / 1	15	7,6	4,8	7,5	2,48		2,35		5,31	518
BT1,6_38	4 / 2	1	2,9	--	2,9	0,41	25	1,63	47	3,56	43
BT1,6_50	2 / 1	13	8,2	5,8	8,2	1,18	101	1,17	43	2,72	372
	4 / 1	11	7,8	5,8	8,0	2,04	105	1,94	45	4,29	466
BT1,7_38	4 / 2	2	6,0	5,8	6,2	0,19	25	0,75	45	1,74	136
BT1,8_38	2 / 1	7	8,6	7,4	8,6	0,61	26 ^b	1,12	43 ^b	3,16	83
	2 / 2	8	8,0	6,6	8,0	0,48		1,13		2,62	118
	4 / 1	1	7,2	--	7,2	0,09		0,35		0,83	20
BT1,8_50_h2	2 / 1	3	8,0	7,6	8,0	0,32	46 ^b	0,70	43 ^b	1,63	101
	2 / 2	6	6,4	5,4	6,4	0,88		1,93		4,48	157

(a) Volumen y porosidad real de la muestra tras el ensayo de *breakthrough*. (b) Medida correspondiente a la Fase 4 por falta de comprobación en la Fase 2.

Cuando el *breakthrough* tiene lugar inmediatamente tras realizar una subida de presión (último escalón), normalmente coincide con una entrada de gas en los escalones previos; a diferencia de otros episodios, en los que transcurre un tiempo (desde minutos a horas) entre la subida de presión (último escalón) y el momento en el que tiene lugar el *breakthrough*. Esto demostraría la acumulación de gas en el interior de la muestra antes de producirse el *breakthrough*, incluso en los episodios instantáneos.

Según la Figura 5.40 parece que en las muestras de mayor densidad seca y, por tanto, con presiones *breakthrough* más elevadas, la porosidad ocupada por gas durante la creación de trayectorias es ligeramente superior. Sin embargo, no se observa ninguna tendencia clara al comparar el volumen de gas con respecto a la relación entre el diámetro y altura de la probeta ni con respecto al tiempo previo transcurrido hasta el *breakthrough*.

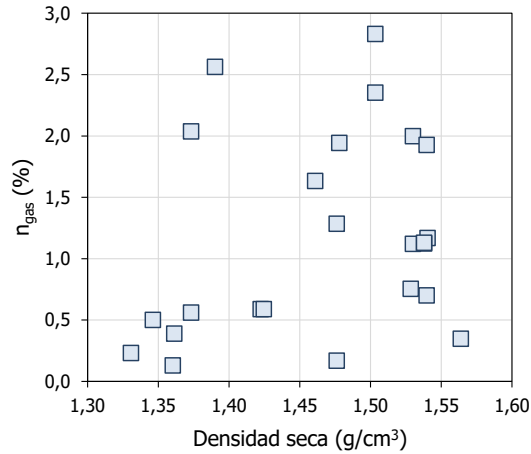


Figura 5.40. Porosidad ocupada por gas frente a la densidad seca en episodios con entrada previa de gas.

La entrada de gas previa tiene lugar tanto en episodios instantáneos como en graduales, pero los mayores volúmenes de gas acumulados se dan con mayor frecuencia en episodios graduales (Figura 5.41).

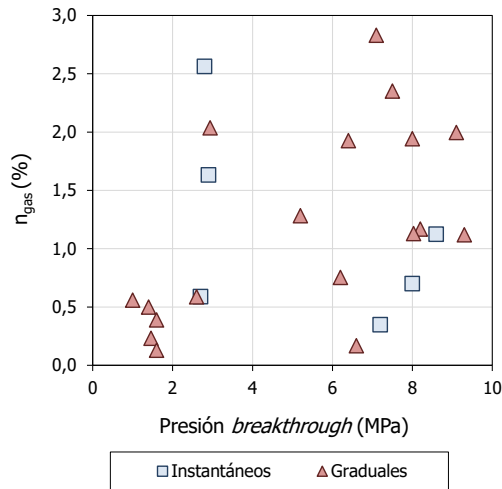


Figura 5.41. Porosidad ocupada por gas frente a la presión de breakthrough en función del tipo de episodio (instantáneo o gradual).

La saturación al agua para cada fase o ensayo se puede calcular empleando la porosidad total de la muestra (n) y la porosidad (aparente) al gas (n_g), obtenida del análisis de la caída de presión previa al *breakthrough*, a partir de:

$$n_g = n (1 - S_r) \quad [5.9]$$

donde S_r es el grado de saturación al agua. Los valores obtenidos son siempre superiores al 95 %, aunque inferiores al valor teórico de saturación con densidad de agua igual a 1 g/cm³. Este comportamiento se asocia a un flujo de gas, no uniforme y localizado, en la muestra, que va acompañado de un ligero, aunque bien definido, aumento de volumen (Cuss *et al.*, 2015). Este cambio de volumen es la consecuencia de la creación de trayectorias mediante

dilatación; cuyo número, localización y distribución de tamaños determinan el flujo de gas (Harrington y Horseman, 1999).

5.2.3. Relación presión *breakthrough* / densidad seca / presión hinchamiento

Para arcillas con una elevada capacidad de hinchamiento, como es el caso de la bentonita FEBEX, Horseman *et al.* (1999) indican que la presión efectiva es igual a la presión de hinchamiento correspondiente a su densidad seca en muestras totalmente saturadas. Esta sería la situación esperable en los ensayos de *breakthrough*, donde las muestras han sido previamente saturadas a volumen constante.

Al representar las presiones de *breakthrough* obtenidas en los primeros episodios de ambas fases (Fases 2 y 4) frente a la densidad seca posterior a dichas fases (Figura 5.42) se observa que las presiones aumentan conforme lo hace la densidad seca de las muestras, siendo siempre superiores a la presión de hinchamiento. Este comportamiento ha sido previamente observado por otros autores como Horseman y Harrington (1994), Tanai *et al.* (1997), Horseman *et al.* (1999), Gallé (2000), Graham *et al.* (2002), Liu *et al.* (2014) y Gutiérrez-Rodrigo *et al.* (2015).

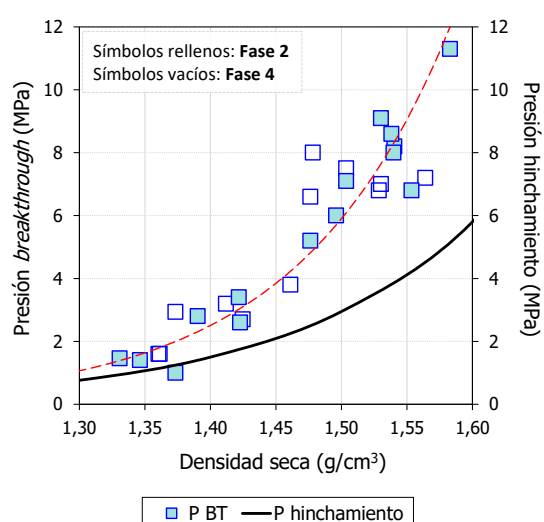


Figura 5.42. Presión de los primeros episodios de *breakthrough* de las Fases 2 y 4 frente a la densidad seca posterior a dichas fases. La línea continua muestra la presión de hinchamiento de la bentonita para esas mismas densidades.

La curva representada en la Figura 5.42 muestra un ajuste empírico de las presiones de hinchamiento realizadas con la bentonita FEBEX compactada a diferentes densidades secas, permitiendo su saturación bajo unas condiciones de volumen constante mientras se medía la presión axial que se iba desarrollando (Villar, 2000; Villar y Lloret, 2008). Dicho ajuste responde a la expresión exponencial de la forma:

$$\ln P_s = 6,77 \cdot \rho_d - 9,07 \quad (r^2 = 0,88) \quad [5.10]$$

En la Figura 5.43 (línea discontinua) se observa que la presión de *breakthrough* aumenta de manera lineal conforme aumenta la presión de hinchamiento, al igual que lo hace de manera

exponencial con la densidad seca de las muestras analizadas en bentonita FEBEX (Figura 5.42, línea discontinua).

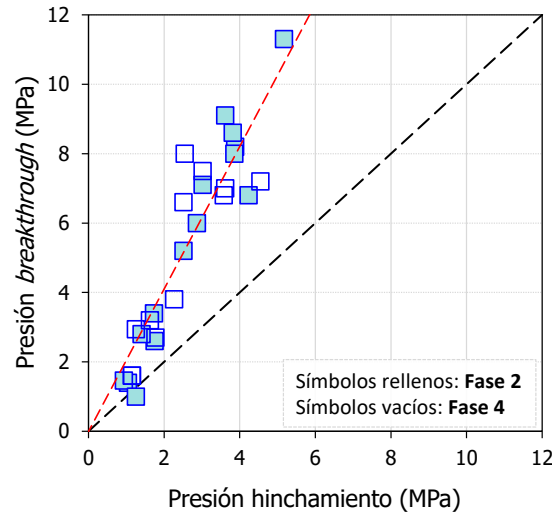


Figura 5.43. Presión de los primeros episodios de breakthrough durante las Fases 2 y 4 en función de la presión de hinchamiento.

Las relaciones entre la presión de *breakthrough* (P_b , MPa) y densidad seca final (ρ_d , g/cm³) y, entre las presiones de *breakthrough* e hinchamiento (P_s , MPa) se pueden expresar mediante ajustes de tipo exponencial [5.11] y lineal [5.12].

$$\ln P_b = 8,56 \cdot \rho_d - 10,82 \quad (r^2 = 0,88) \quad [5.11]$$

$$P_b = 2,05 \cdot P_s \quad (r^2 = 0,85) \quad [5.12]$$

Liu *et al.* (2014) realizaron ensayos de *breakthrough* sobre muestras saturadas montadas en el interior de celdas ranuradas con el objetivo de comprobar si el paso de gas se producía a través del material poroso o en la zona de contacto (interfase). Su material era una mezcla de bentonita MX-80 y arena, en proporción de 70/30, y las muestras se instalaban y saturaban posteriormente en celdas con pared lisa o ranurada. Aplicaban una presión de gas de manera incremental por uno de los extremos de la muestra (en el otro aplicaban una presión de agua) hasta registrar un flujo de gas. Dado que el flujo de gas se observó solo en las celdas de pared lisa y no en las de pared ranurada, pese a llegar al límite de presión del equipo (>10 MPa), supusieron que el paso de gas se produce a través de la interfase celda/muestra.

Para verificar si el gas no se transportaba por la interfase entre la pared de la celda y la muestra en la bentonita FEBEX, se realizó un único ensayo con una muestra de elevada densidad seca (1,70 g/cm³, RT1,7_38), que se preparó en el interior de una celda ranurada (anillos concéntricos en su interior) de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 5 cm. El procedimiento seguido fue igual al seguido en el resto de ensayos de *breakthrough* y su descripción completa se encuentra en el Anexo IV. 16. Ensayo RT1,7_38.

Al contrario que Liu *et al* (2014), la presión de presión de *breakthrough* alcanzada sigue la tendencia general del conjunto de ensayos analizados (Figura 5.44), con un valor muy elevado causado por la elevada densidad seca con la que fue preparada dicha muestra. La interfase no parece influir de forma tan evidente en este tipo de material, posiblemente por la elevada presión de hinchamiento.

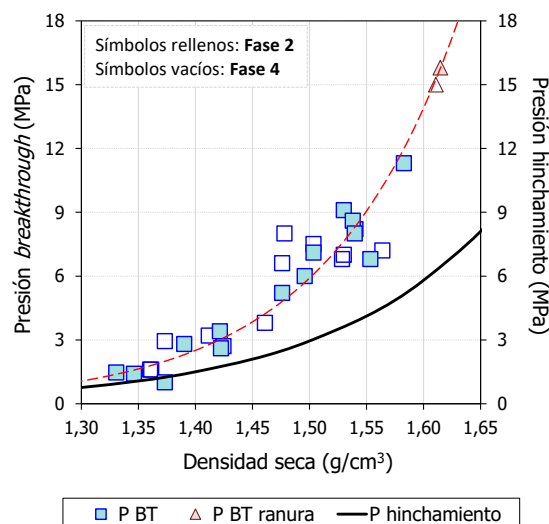


Figura 5.44. Presión de los primeros episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 frente a la densidad seca posterior a dichas fases del conjunto de ensayos a los que se les ha añadido el ensayo RT1,7_38 (celda ranurada).

Tras el desmontaje del ensayo, se analizó la densidad y humedad en las zonas externa e interna de la muestra para descartar una posible disminución de densidad en el borde a causa de los anillos y/o una posible desecación por la elevada tasa de flujo de gas en esa zona. Tanto las densidades como las humedades obtenidas en las partes externa e interna fueron semejantes en ambas zonas con valores próximos a 1,59 g/cm³ y 24,6 %, respectivamente.

5.2.4. Presión residual

Tras el episodio de *breakthrough*, las presiones de ambos depósitos tienden a equilibrarse hasta llegar a un valor constante de diferencia de presión tras el cese de flujo de gas. Ese valor, que corresponde a la diferencia de presión entre ambos depósitos, se denomina presión residual. Se supone que el cierre total, paulatino o no, de las trayectorias previamente establecidas detiene el proceso de equilibrado y mantiene presiones residuales no despreciables (superiores a cero, Figura 5.45).

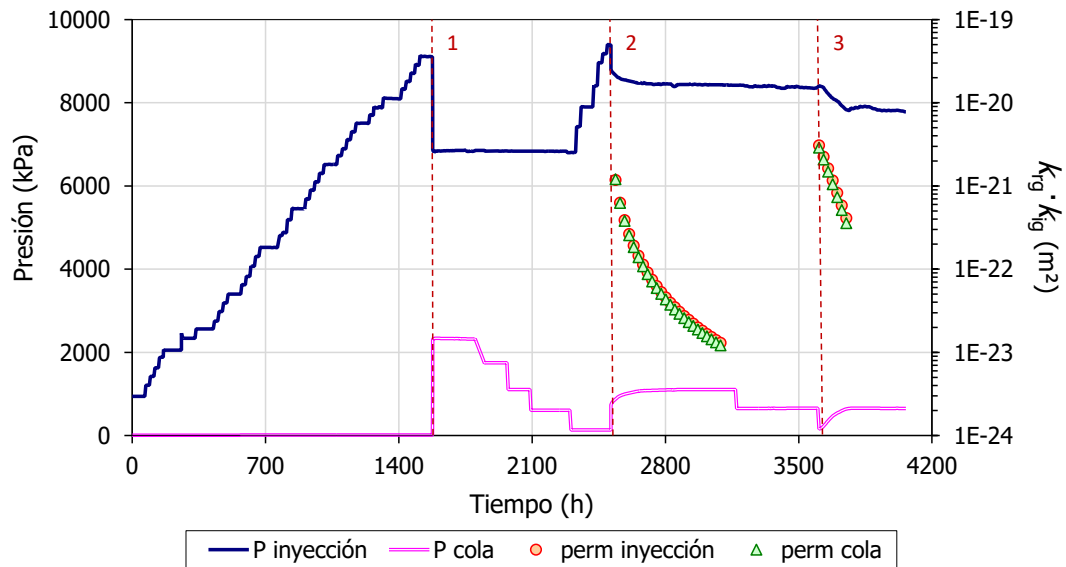


Figura 5.45. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,5_38.

Cuando la presión residual se hace nula, es decir, las presiones en ambos depósitos se igualan, puede entenderse que las trayectorias quedan, al menos en un primer momento, abiertas tras el *breakthrough* (Figura 5.46a). Sin embargo, en algunos casos, el comportamiento tras el episodio demuestra que, transcurrido un tiempo, las trayectorias se han cerrado completamente, necesitando aplicar de nuevo una presión elevada para conseguir el *breakthrough* (Figura 5.46b).

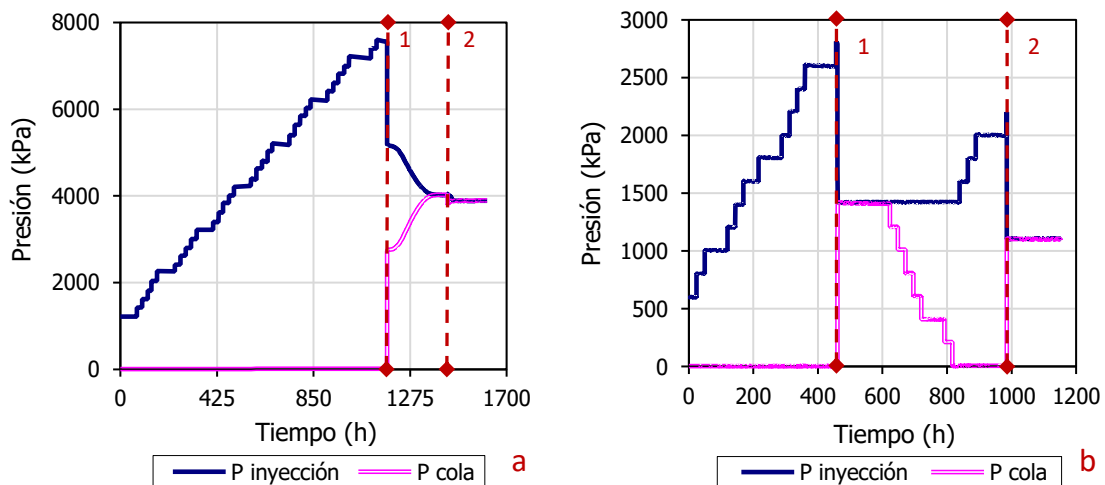


Figura 5.46. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 4 de los ensayos: a) BT1,5_50 y, b) BT1,3_38.

El gas invade los poros accesibles en función de su tamaño, con una presión equivalente a la presión capilar. En los casos en que, localmente, la presión capilar es muy superior a la presión de gas, la dilatación mecánica permite continuar el avance de la trayectoria mientras la presión de gas sea suficiente. Cuando se produce el *breakthrough*, la presión cae siendo incapaz de sustentar la dilatación de la trayectoria frente a la presión de hinchamiento, cerrándola y expulsando el gas de la zona. Este proceso, que supone el cierre de las trayectorias de flujo de gas, puede bloquear gas en el interior de la muestra, lo que facilita posteriores episodios de *breakthrough*.

A mayor densidad seca, ambos procesos, el desplazamiento capilar (por una mayor proporción de poros de menor tamaño) y la dilatación de trayectorias (por una creciente presión de hinchamiento) necesitan presiones de gas más elevadas. Esta presión aumenta la carga sobre el material por su baja permeabilidad, lo que modifica su macroporosidad incrementando a su vez la presión de *breakthrough* y la residual no nula (Figura 5.47). Por este motivo la presión residual es mayor cuanto mayor es la presión de *breakthrough* y, por tanto, aumenta con la densidad seca.

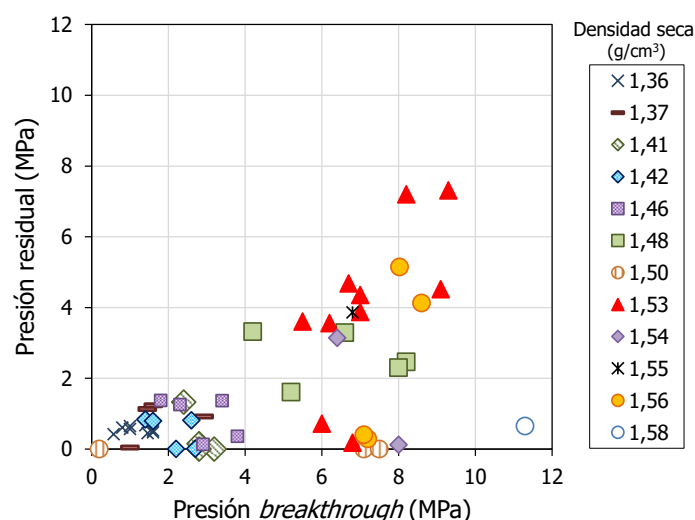


Figura 5.47. Presión residual frente a la presión de *breakthrough* de los episodios de *breakthrough* de las Fases 2 y 4 en función de la densidad seca posterior a los ensayos de *breakthrough* (g/cm^3).

La presión residual ha sido asociada (Harrington y Horseman, 1999; Hildenbrand *et al.*, 2002) a la presión mínima de desplazamiento capilar de la muestra. También puede asociarse a la diferencia de tensiones efectivas (presión de hinchamiento menos presión de gas) entre ambos extremos de la zona bloqueada al paso de gas.

Presiones residuales reducidas indicarían que toda la zona de paso de gas, desde la inyección hasta la salida, ha estado sometida a una tensión efectiva similar, por lo que es de suponer que el tipo de flujo de gas haya sido homogéneo y estable, tanto en número como en tipo de trayectorias. Independientemente del tipo de *breakthrough*, es de esperar que el paso de gas, sea del tipo que sea, por ejemplo, trayectoria o micro-fracturación, quede facilitado en un primer momento por la presencia de gas embolsado en el material al cerrarse la trayectoria. Sin embargo, tras un tiempo suficiente, esta cantidad de gas se disuelve restaurando las condiciones mecánicas de material y las presiones de *breakthrough*.

Sin embargo, presiones residuales elevadas indicarían una variación importante de tensión efectiva a lo largo del paso de gas (mucho mayor en la salida), por lo que es de suponer que el flujo de gas no ha sido ni homogéneo ni estable, con un número más reducido de trayectorias. Independientemente del tipo de *breakthrough*, en muestras con porosidad homogénea (de baja densidad) la diferencia de tensiones efectivas se aplicaría sobre los extremos de la muestra; en muestras más heterogéneas (de densidad mayor) se aplicaría en las zonas con bloqueos locales de las trayectorias. Esto implica que en estas segundas muestras, el mayor desequilibrio mecánico las predispone a la reapertura y al cierre posterior.

En la mayoría de los episodios, las presiones residuales son ligeramente inferiores a la presión de hinchamiento de la muestra (Figura 5.48), correspondiente a la densidad seca alcanzada en el episodio, que controla el cese del flujo de gas.

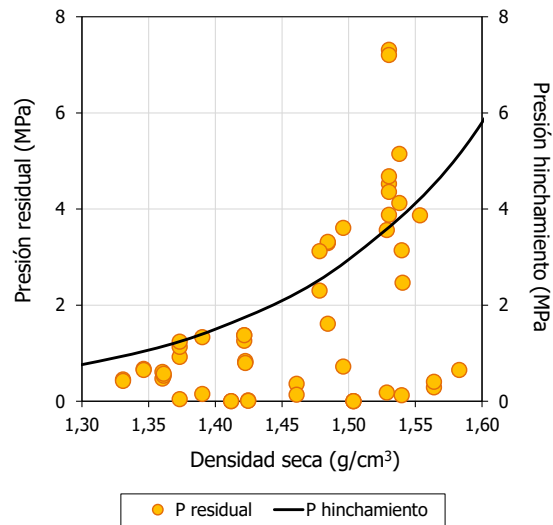


Figura 5.48. Presión residual del todos los episodios de las Fases 2 y 4 frente a la densidad seca posterior a dichas fases. La línea continua muestra la presión de hinchamiento de la bentonita para esas mismas densidades.

Generalmente, las presiones residuales aumentan con los episodios sucesivos de cada fase, por ejemplo, en las muestras representativas de la Fase 2, con densidad seca de 1,41, 1,48, 1,50 y 1,56 g/cm³ (Figura 5.49). Además, conforme la presión residual aumenta se produce una disminución en la presión de *breakthrough* del episodio siguiente (Figura 5.49). Por lo tanto, el aumento de la presión residual produce una debilitación de la muestra frente a nuevos episodios de *breakthrough* debido al desequilibrio mecánico en su interior; sin descartar, la presencia de gas residual que facilita la conectividad de la fase gaseosa facilitando el siguiente episodio.

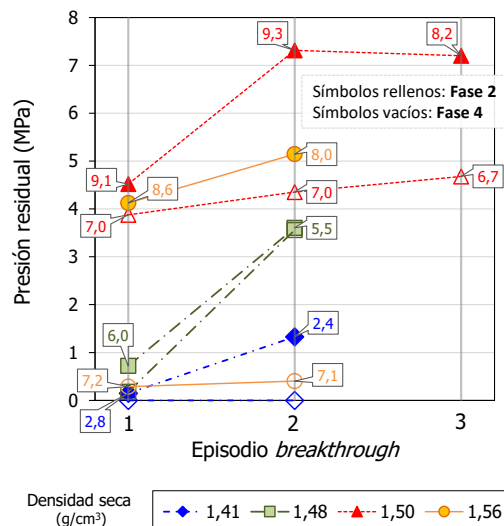


Figura 5.49. Presión residual frente al número de episodios de las Fases 2 y 4 de un conjunto de ensayos representativos. En la leyenda se muestra la densidad seca posterior a dichos ensayos (g/cm³). Las etiquetas muestran la presión de breakthrough (MPa).

Sin embargo, como se ha visto previamente, en los episodios instantáneos no siempre se produce una disminución de las presiones de *breakthrough* consecutivas sino que en muchos episodios es necesario alcanzar presiones de gas semejantes o incluso superiores para que tenga lugar el siguiente *breakthrough* (como por ejemplo, la muestra con densidad seca final igual a $1,50 \text{ g/cm}^3$, Figura 5.49). Dichos episodios instantáneos resultan estar asociados a presiones residuales más bajas, concentrándose la mayoría de ellos próximos al eje de ordenadas (Figura 5.50). La presión residual se reduce cuando la tasa inicial de flujo de gas es considerable (*breakthrough* instantáneo), probablemente asociada a la generación de aperturas mecánicas sin desplazamiento de agua.

Los ensayos con presión residual nula corresponden a episodios instantáneos donde se han cerrado los caminos. En este caso, el segundo *breakthrough* se alcanza a una presión de gas igual o superior al primero (como por ejemplo, la muestra con densidad seca final igual a $1,52 \text{ g/cm}^3$ en la Fase 4, Figura 5.49), indicando que las trayectorias de gas se cierran completamente.

La única excepción se ha observado en el ensayo BT1,5_50 (Fase 4). Tras un episodio gradual, se procedió a forzar el segundo episodio disminuyendo la presión en el depósito de salida. Se registró un flujo inmediato de gas, confirmando que las trayectorias de paso de gas permanecían abiertas. El grado final de saturación fue del 98 %, probablemente debido al desplazamiento de agua inducido por el gas.

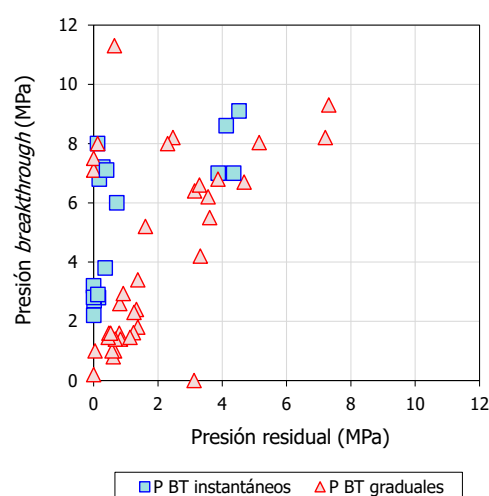


Figura 5.50. Presión de *breakthrough* frente a la presión residual de todos los episodios instantáneos y graduales de las Fases 2 y 4.

En resumen, las presiones de *breakthrough* precedidas por episodios instantáneos suelen ser semejantes a sus predecesores y dichos episodios se pueden interpretar como un flujo rápido de gas (no bifásico), en el que no se debilita la estructura de la bentonita y no deja gas residual atrapado, dando como resultados presiones residuales casi nulas.

Sin embargo, los episodios graduales producen una disminución en las presiones de *breakthrough* durante los sucesivos episodios y van asociados a presiones residuales no nulas, que incrementan su valor conforme avanza el número de episodios. Este hecho se supone causado por el desequilibrio mecánico en la muestra y la presencia de gas residual en su interior (mayor porosidad ya accedida), facilitando tanto la apertura (menor presión de *breakthrough*) como el cierre (mayor presión residual) del siguiente episodio.

5.2.5. Evolución temporal de los episodios de *breakthrough*

Las presiones de *breakthrough* evolucionan normalmente tal y como se muestra en la Figura 5.51. En ella se observan dos episodios consecutivos de ensayos considerados representativos, además de la relación de presiones de *breakthrough* entre las Fases 2 y 4, de los mismos.

Las presiones de *breakthrough* registradas en los primeros episodios suelen ser, en su mayoría, superiores a las presiones de los segundos, sobre todo si estos primeros son graduales (BT1,3_38, Figura 5.51). Dicha disminución en la resistencia al paso de gas puede ser causa de una desaturación parcial de la muestra, ya que durante el ensayo de *breakthrough* no hay aporte de agua y/o al incompleto resellado de las trayectorias previamente abiertas (atrapamiento de gas).

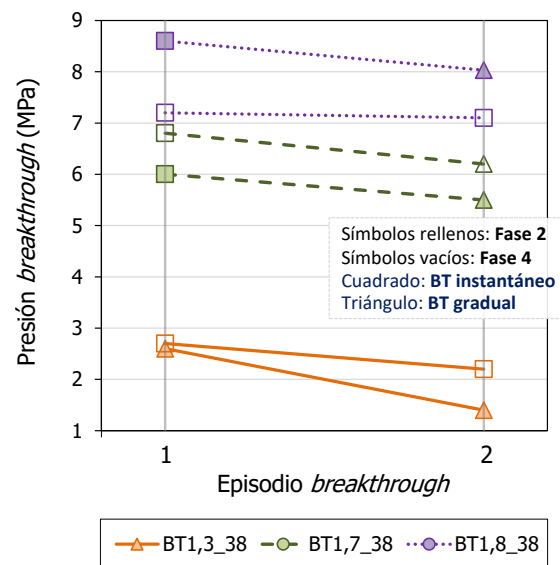


Figura 5.51. Presión de *breakthrough* frente al número de episodios (instantáneos o graduales) durante las Fases 2 y 4 de un conjunto de ensayos representativos.

Entre las excepciones a dicho comportamiento, se encuentran, por ejemplo, los ensayos BT1,3_38, BT1,4_38_h2, BT1,5_38 y BT1,8_38 que presentan presiones de *breakthrough* semejantes para los episodios 1 y 2 (ambos instantáneos) en la Fase 4. Todos ellos tienen en común su densidad seca, $>1,40 \text{ g/cm}^3$. Los segundos episodios precedidos de episodios instantáneos presentan valores de presión más parecidos entre sí que si van precedidos por un episodio gradual. En los episodios instantáneos, dada su brevedad, las características iniciales de las muestras no se ven afectadas tras el transporte inicial de gas; mientras que en los episodios graduales de *breakthrough*, una mayor extensión de las muestras se ve afecta. Todo ello suponiendo que las vías inicialmente establecidas fueran, a posteriori, trayectorias preferentes para los siguientes episodios.

De todos modos, indiferentemente del tipo de episodio sucedido, la bentonita muestra una elevada capacidad de sellado tras producirse un flujo de gas a través de ella sin adición de agua, ya que los valores de presiones alcanzados en los segundos episodios son también muy elevados (Gutiérrez-Rodrigo *et al.*, 2015).

En el modelo conceptual descrito por Horseman *et al.* (1996, 1999) y Harrington y Horseman (2003) consideran que las trayectorias de gas colapsan en respuesta a la diferencia de presión dejando una serie de discontinuidades semejantes a zonas con volúmenes de gas residual. En cuanto tiene lugar el siguiente episodio, las zonas con gas remanente facilitan la apertura de caminos para el transporte de gas. Otra posibilidad que podría actuar conjuntamente con el proceso anterior sería una redistribución del agua presente en la bentonita (desde los macroporos hacia los meso y microporos) que facilitara con posterioridad el paso de gas. Al establecerse un flujo de gas previo, el agua presente en el espacio poroso se desplaza hacia los huecos de menor tamaño a causa de la elevada presión de gas establecida, pasando a ocupar el gas, aquellos de mayores dimensiones.

Por otro lado, la apertura de los caminos de paso de gas en el caso de alguno de los episodios instantáneos se produce de manera mecánica, sin dejar gas residual. La caída en el valor de presión después del *breakthrough* puede explicarse como una rotura frágil dentro del campo elástico de la bentonita (Graham *et al.*, 2014).

Otros autores, como Gray *et al.* (1996) y Dridi *et al.* (2012), también observan que la presión de *breakthrough* disminuye en los sucesivos ciclos o episodios en sus respectivas arcillas saturadas, illita y bentonita, aunque lo achacan a diferentes procesos. Gray *et al.* (1996) suponen que se debe a un cambio en la estructura porosa del material tras el paso de gas, mientras que Dridi *et al.* (2012) lo asocian a la desaturación parcial de la muestra a partir de los caminos preferentes de paso de gas previamente establecidos, ligada a una fragilización hidromecánica de la muestra.

Al comparar los valores de presión *breakthrough*, tras una resaturación intermedia, correspondientes a los primeros episodios de las Fases 2 y 4, estos pueden ser: (1) iguales (BT1,3_38, Figura 5.51), (2) la presión de *breakthrough* del primer episodio de la Fase 2 es ligeramente superior a su correspondiente en la Fase 4 (BT1,8_38, Figura 5.51) y, (3) la presión de *breakthrough* del primer episodio de la Fase 2 es ligeramente inferior a su correspondiente en la Fase 4 (BT1,7_38, Figura 5.51). Lo más frecuente es el caso (3) y se da mayormente en las muestras de densidad seca $< 1,44 \text{ g/cm}^3$, las mismas que experimentan un descenso en la altura tras los ensayos de *breakthrough* y, por tanto, un aumento en la densidad seca debido a las elevadas presiones de inyección aplicadas (Tabla 5.9). Ese aumento en la densidad seca no parece recuperarse durante la resaturación, por lo que podría ser la causa de que las presiones necesarias para alcanzar el *breakthrough* en la Fase 4 fueran superiores a sus correspondientes en la Fase 2.

Otra explicación estaría proporcionada por la redistribución del agua libre presente en la bentonita. Al establecerse el flujo de gas, algunos poros de mayor tamaño quedan libres de agua al ser adsorbida en la superficie de la arcilla (sobre todo en las muestras de mayor densidad seca). Tras la resaturación, esos poros se rellenan de agua aumentando el grado de saturación, lo que dificulta el transporte de gas. Probablemente, se trata de una combinación de ambos procesos, aumento de la densidad seca e incremento de saturación, acoplados mediante la distribución por tipos de agua en las muestras.

Ambos procesos suponen cambios en la estructura porosa del material. La existencia de un flujo de gas hace que parte del agua en la macroporosidad existente pase a la mesoporosidad (microporosidad por equilibrado), por lo que la estructura evoluciona (se

reduce la macroporosidad). En la nueva saturación, la macroporosidad restante genera de nuevo más mesoporosidad (y poro equivalente a interlámina, ~microporosidad), lo que modifica de nuevo la estructura porosa reduciendo los tamaños y dificultando el paso de gas. Como resultado la presión de *breakthrough* aumenta.

Independientemente de la relación de presiones entre las Fases 2 y 4, la muestra recupera sus características iniciales durante el proceso de resaturación mostrando la capacidad de sellado que presenta la bentonita con la adición de agua después de ser atravesada por un flujo de gas.

Por ejemplo, dicha recuperación tras la resaturación en materiales arcillosos saturados ha sido observada en estudios previos por numerosos autores como Pusch *et al.* (1985), Horseman *et al.* (1999), Ortiz *et al.* (2002), Harrington y Horseman (2003), Harrington *et al.* (2012), Bucur *et al.* (2014) y Cuss *et al.* (2015). En estudios previos realizados en bentonita Kunigel VI compactada y saturada, también observan presiones de *breakthrough* consecutivas semejantes permitiendo la resaturación entre episodios. Dichos autores suponen que las trayectorias creadas durante el primer episodio de *breakthrough* se cierran debido al hinchamiento de la bentonita durante el proceso de resaturación (Tanai *et al.*, 1997).

Dados los tiempos de saturación tan largos de las muestras, en general superiores a 90 días, no se aprecia ninguna relación entre las presiones de *breakthrough* y el tiempo de saturación. La estructura porosa tiene tiempo de evolucionar hasta un estado de equilibrio previo al ensayo de inyección (Delage *et al.*, 2006; Romero y Simms, 2008).

5.2.6. Influencia de las condiciones experimentales

En el siguiente apartado se incluyen aquellos aspectos relacionados con las variaciones introducidas en el procedimiento de los ensayos de *breakthrough* y en el tamaño de las muestras. A partir de los primeros ensayos de *breakthrough* realizados se modificaron las condiciones experimentales con el fin de establecer un protocolo.

Además, se prepararon muestras de diferentes dimensiones (altura y diámetro) para determinar cómo afectaban esas variables al transporte de gas.

5.2.6.1. Presión inicial establecida y pauta en el aumento de presión

Al comienzo de la experimentación, una serie de ensayos fueron utilizados como “ensayos piloto” con el objetivo de fijar un protocolo para la presión inicial (400 kPa) y la diferencia de presión entre los escalones de aumento y descenso (200 kPa).

Así, se realizaron una serie de ensayos piloto, recogidos en la Tabla 5.13, para determinar si la presión inicial influye sobre la presión de *breakthrough* alcanzada. No hay suficientes resultados como para establecer una conclusión clara, aunque parece que la influencia de la presión inicial no sería grande. La presión inicial se fijó a 400 kPa, suficientemente baja para evitar sobreestimar el valor de *breakthrough* en muestras de menor densidad seca.

Tabla 5.13. Presiones iniciales y de breakthrough (BT) en las Fases 2 y 4 de los ensayos piloto.

Ensayo	BT1,4_38		BT1,5_38	
Fase	2	4	2	4
Densidad seca (g/cm ³)	1,48 ^(a)	1,48	1,54 ^(a)	1,54
P inicial (kPa)	1300	400	900	400
P BT (kPa)	5200	6600	9100	7000

^(a) Densidad seca correspondiente al finalizar las Fases 3 o 4 por la falta de comprobación tras la Fase 1.

Por otra parte, los ensayos en los que la presión inicial se fijó en 400 kPa y los escalones de aumento y descenso de presión fueron distintos de 200 kPa vienen resumidos en la Tabla 5.14. En los ensayos BT1,6_38 y JB1,7_38, independiente del patrón de subida de presión fijado en el depósito de entrada, se alcanzan presiones de *breakthrough* semejantes, ligeramente superiores en la Fase 4 (discutido previamente en el apartado 5.2.5). En el ensayo RT1,7_38 también se alcanzan presiones de *breakthrough* semejantes a pesar del aumento tan brusco en los escalones de presión realizados en la Fase 4.

Tabla 5.14. Escalones de presión y presión de breakthrough (BT) en las Fases 2 y 4 de los ensayos piloto.

Ensayo	BT1,6_38		RT1,7_38		JB1,7_38	
Fase	2	4	2	4	2	4
Densidad seca (g/cm ³)	1,42	1,46	1,66	1,63	1,41 ^(a)	1,41
Escalón de presión (kPa)	500	200	200	1000	500	200
P BT (kPa)	3400	3800	15800	15000	2700	2800

^(a) Densidad seca correspondiente al finalizar Fases 3 por la falta de comprobación tras la Fase 1.

Aun así, se fijó un escalón de 200 kPa con el fin de acotar mejor el valor de presión *breakthrough*, directamente relacionado con el transporte mediante una fase gaseosa continua (procesos de tipo advectivo en lugar de difusivo).

En alguno de los ensayos, se observó que, al mantener un cierto valor de presión en el depósito de entrada durante más tiempo al estipulado, el gas fue capaz de movilizarse a través de la muestra. Un ejemplo de ello fue lo sucedido en el segundo episodio de *breakthrough* del ensayo RT1,7_38 durante la Fase 4, en el que comenzó a pasar gas a las 200 h de realizar el último escalón (~1200 kPa). Sin embargo, en la Fase 2 de ese mismo ensayo, la presión de inyección de ~1400 KPa se mantuvo constante durante 2500 h sin registrar flujo de gas, por lo que los resultados no resultan muy concluyentes (Anexo IV, RT1,7_38).

Hume (1999) observó que si dejaba los ensayos durante largos periodos de tiempo se acaba produciendo el flujo de gas a través de la muestra. Dicho autor llegó a la conclusión de que hay una relación inversa entre el tiempo y la presión de *breakthrough* aplicable a partir de una presión umbral de entrada de gas a la muestra. Graham *et al.* (2002) también apoyan esa idea en la que, para periodos de tiempo mayores, las presiones de *breakthrough* necesarias son menores que para menores periodos de tiempo.

Dichas hipótesis apoyarían la idea de que si se dejara durante un periodo de tiempo mayor una presión concreta por encima de un valor umbral acabaría produciéndose un flujo de gas a través de la muestra. Este flujo ocurriría a través de otros procesos no estrictamente advectivos.

Sin embargo, Pusch *et al.* (1985) observaron lo contrario, que las presiones de *breakthrough* disminuían conforme los intervalos de tiempo de inyección de gas eran menores.

5.2.6.2. Sentido de la inyección de gas

Durante el proceso de vertido del material en el interior de la celda, se produce una gradación vertical de las partículas. Las de tamaño más fino se sitúan en la parte inferior y, las de mayor diámetro, en la parte superior. El aspecto final tras la compactación es distinto en función de la densidad seca de la muestra: (1) si es alta ($\sim 1,60 \text{ g/cm}^3$) la superficie es más continua y, (2) si es baja ($\sim 1,30 \text{ g/cm}^3$), la superficie que presenta es más irregular.

Aunque el protocolo fijado en los ensayos de *breakthrough* contempla aplicar la presión de inyección sobre la superficie superior de compactación, en uno de los ensayos se aplicó en ambos sentidos con el fin de analizar si la distribución de tamaños entre ambos extremos influía en la presión de *breakthrough* alcanzada.

El ensayo escogido fue BT1,3_38 con una densidad seca inicial baja ($1,26 \text{ g/cm}^3$) con superficies más bien irregulares. Las presiones de *breakthrough* alcanzadas en las Fases 2 y 4, con inyección de gas en sentidos opuestos, fueron semejantes entre sí con valores de 2,6 y 2,7 MPa (con densidad final de $1,42 \text{ g/cm}^3$), respectivamente.

Este resultado soportaría la idea de que, en muestras de baja densidad y saturadas, se produce una compactación de las mismas (Fase 2), tanto mayor cuanto más rápido sea el incremento de presión (bien por mayores escalones, bien por menor duración de los intervalos de aplicación). Una vez establecida la densidad seca final y su estructura porosa global y de sus heterogeneidades (si las hubiera), las presiones de *breakthrough* son reproducibles y estables (relacionadas con la presión de hinchamiento a la densidad seca dada).

5.2.6.3. Dimensiones de la muestra: altura y diámetro

Las muestras fueron preparadas con diferentes combinaciones de altura y diámetro (alturas 2 y 5 cm; diámetros 3,8 y 5 cm) para determinar si estas variables afectaban al transporte de gas y la presión de *breakthrough*.

Para su representación se han agrupado según sus relaciones diámetro/altura (D/L) en las siguientes clases: 0,7-0,8 (D/L=3,8/5), 0,9-1,0 (D/L=5/5), 1,6-1,9 (D/L=3,8/2), y 2 (D/L=5/2, única muestra). La mayoría de las muestras pertenecen a la clase 1,6-1,9.

Al representar los dos grupos con alturas 5 y 2 cm, comprendidos entre 0,7-1 y 1,6-1,9, se observa que, para igual densidad seca, las presiones de *breakthrough* son mayores para las muestras de mayor longitud (Figura 5.52a). Este comportamiento también se observa, al representar las clases 0,7-0,8 y 1,6-1,9 de diámetro 3,8 cm, para igual densidad seca (Figura 5.52b). En ambos casos, la diferencia tiende a disminuir conforme disminuye la densidad seca.

A mayor diámetro, la probabilidad de producir trayectorias para el paso de gas es mayor (proporcional a la superficie); mientras que, a mayor altura, la probabilidad de generar dichas trayectorias con continuidad entre entrada y salida es menor, por el menor gradiente

de presión y por la tortuosidad de la estructura porosa del material (que depende, a su vez, de la densidad seca y del estado real de saturación). De lo observado parece claro que el factor predominante es la longitud de la muestra y, con ella, la trayectoria real de paso de gas sea cual sea el proceso de generación.

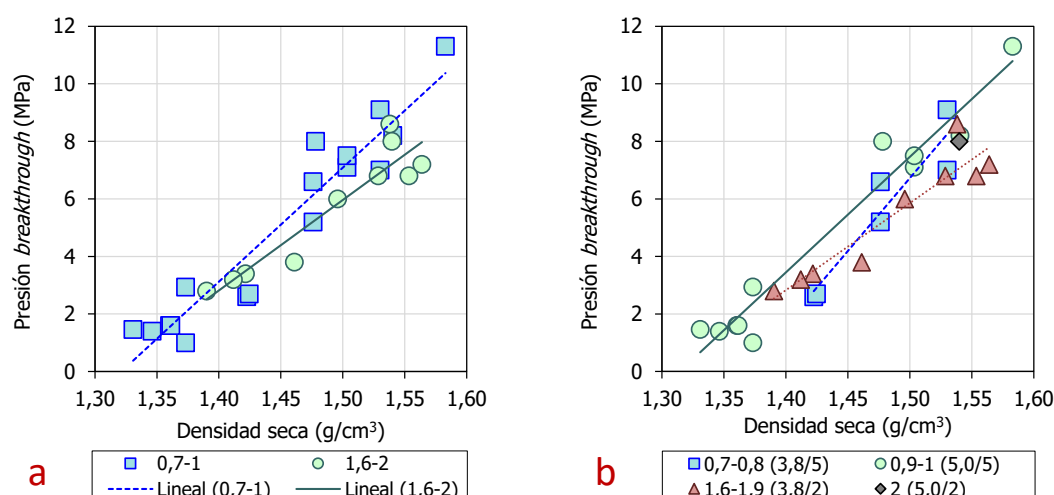


Figura 5.52. Presión de *breakthrough* frente a la densidad seca posterior al ensayo en función de la relación diámetro/altura de las muestras de los primeros episodios de las Fases 2 y 4.

Gallé y Tanai (1998) llegaron a una conclusión parecida a partir de muestras de bentonita Fo-Ca saturadas y preparadas a alturas diferentes (1,0 y 4,0 cm) e igual diámetro (5,0 cm) y densidad seca. Las presiones de *breakthrough* obtenidas en las muestras de 1,0 cm de altura fueron <4,3 MPa, mientras que en las muestras de mayor altura las presiones resultaron ser >9,3 MPa.

5.2.7. Permeabilidad al gas tras el *breakthrough*

El objetivo inicial de los ensayos de *breakthrough* no es el cálculo de la permeabilidad al gas, ya que no existe la manera adecuada de hacerlo con flujo de gas en sistemas completamente saturados. Aunque, si tras el *breakthrough*, tiene lugar un cambio gradual en los valores de presión de los depósitos de entrada y salida de la muestra, se calcula la permeabilidad efectiva, que resulta del producto entre la permeabilidad intrínseca y la permeabilidad relativa al gas, $k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m^2 , Figura 5.53), y, a partir de ella, la permeabilidad al gas (m/s , Figura 5.54) que depende de las propiedades del gas usado (densidad y viscosidad). El cálculo se realiza a partir de las diferencias de presión en los depósitos, según las ecuaciones que se describen en el apartado 4.2.4.

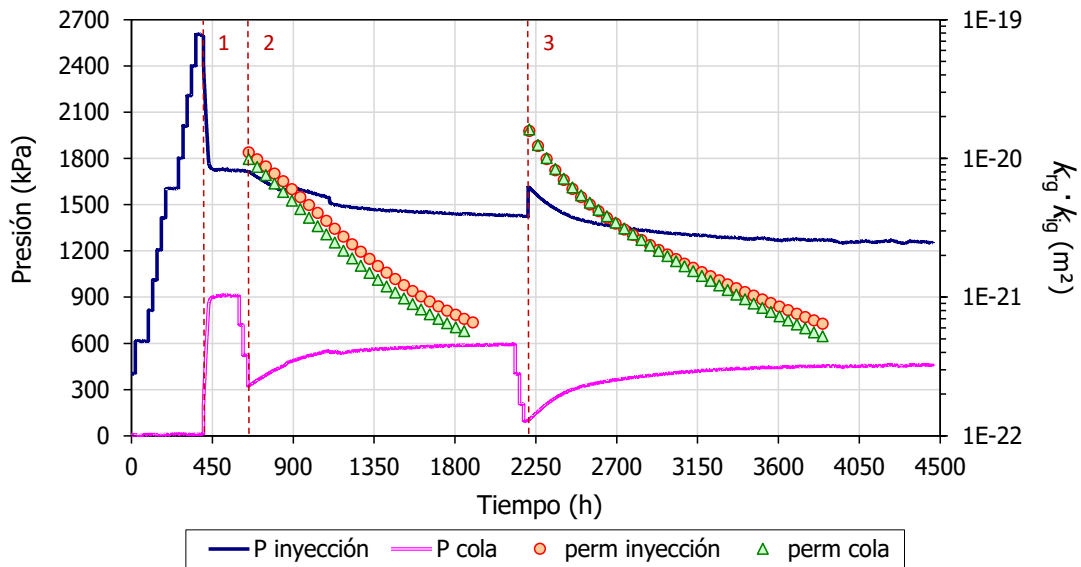


Figura 5.53. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida y, permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,3_38.

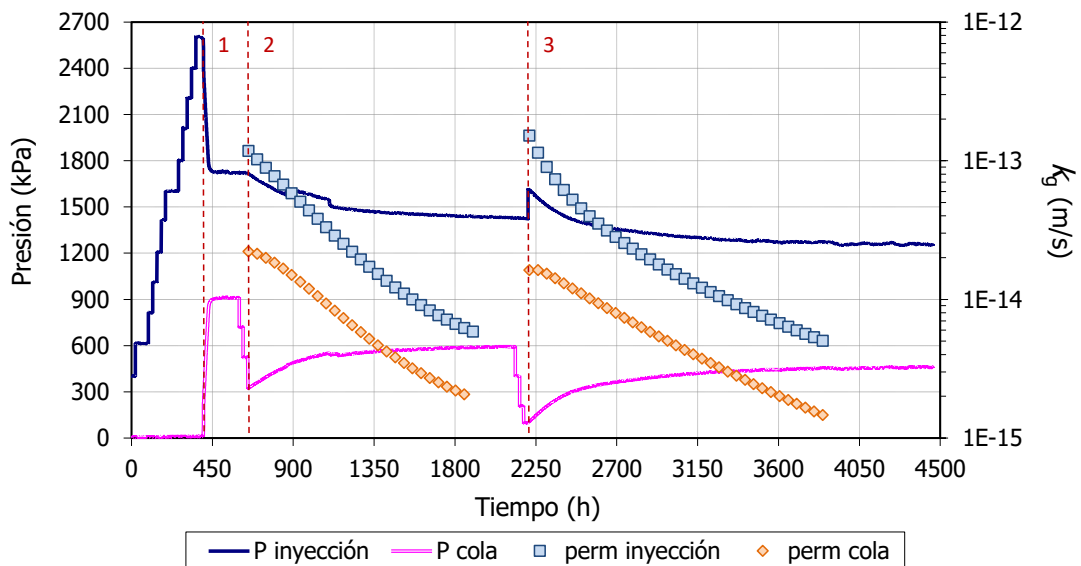


Figura 5.54. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida y, permeabilidad al gas en la Fase 2 del ensayo BT1,3_38.

Para el cálculo de la permeabilidad se considera que el flujo se produce a través de toda la superficie de la muestra aunque, dado el tipo de procesos implicados en el transporte de gas a través de muestras completamente saturadas, es casi seguro que solo tenga lugar por caminos preferentes, en una fracción pequeña de la sección total. Por lo tanto, la permeabilidad efectiva calculada es aparente pues considera toda la sección de la muestra para el paso de gas. Esta permeabilidad efectiva “aparente” se obtiene a partir de una de las ecuaciones del modelo de flujo bifásico, suponiendo que son fluidos inmiscibles, que describe el transporte en fase gaseosa. Esta magnitud permite comparar materiales, aunque no haya certeza de que este sea el proceso que regula el transporte de gas.

En el cálculo de las permeabilidades se utilizan valores de presión considerados representativos del flujo de gas; esto es, desde el inicio de un flujo estable hasta el momento de su reducción a valores no discernibles por el equipo.

La permeabilidad efectiva (m^2) que se ha considerado para cada episodio de *breakthrough* corresponde al valor medio de las dos permeabilidades más bajas obtenidas en el depósito de entrada y salida (normalmente semejantes). Sin embargo, las permeabilidades al gas (m/s) obtenidas en cada uno de los depósitos son distintas, las calculadas en el extremo de entrada suelen ser superiores a sus correspondientes en el extremo de salida, a causa de las diferentes condiciones a las que se encuentra el gas nitrógeno en un extremo u otro de la muestra (Figura 5.55a,b). Además, el gas tiene acceso a un mayor número de poros en la zona de inyección, a mayor presión que en la zona de salida, a menor presión, lo que hace que la sección eficaz al paso del gas disminuya a lo largo de la muestra. Desde un punto de vista conservador, se escogen los valores de permeabilidad más bajos ya que acentuarían la sobrepresión entre el contenedor y la barrera de bentonita.

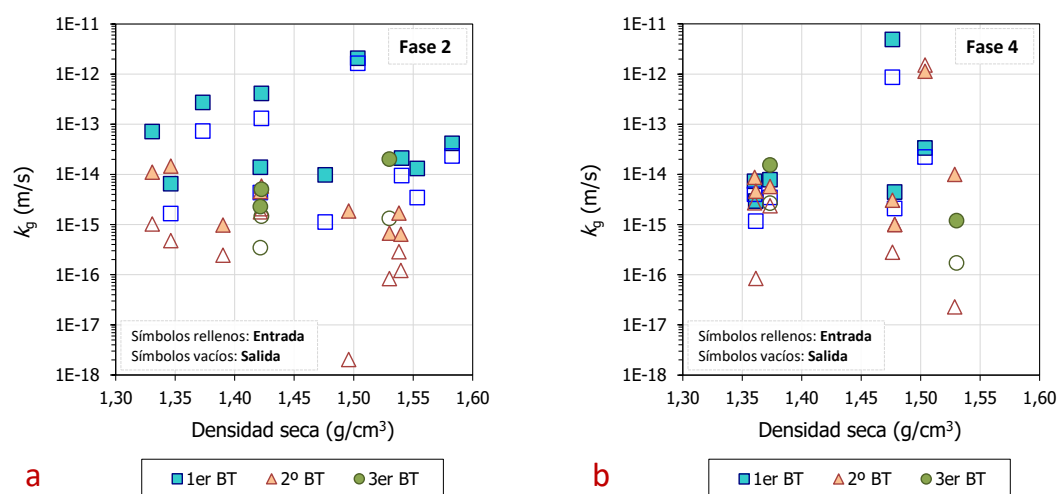
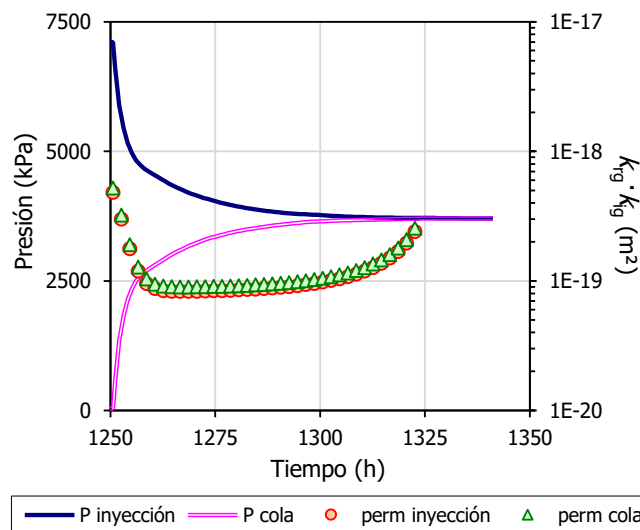
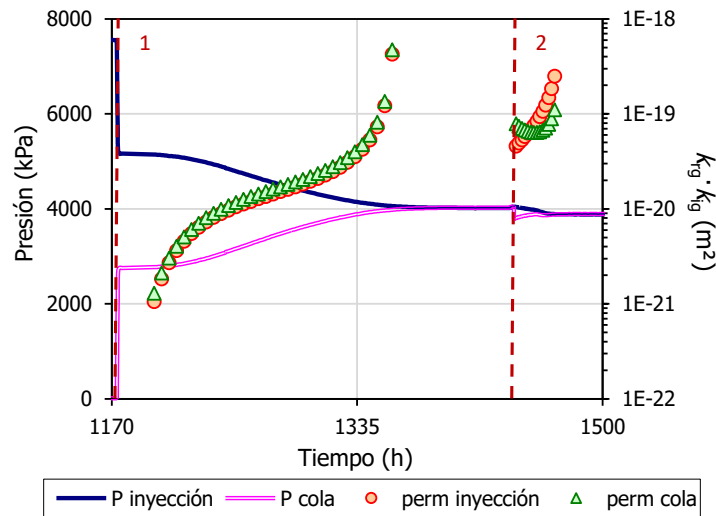


Figura 5.55. Permeabilidades al gas de entrada y salida obtenidas en cada episodio de *breakthrough* frente a la densidad seca posterior al ensayo de las Fases 2 (a) y 4 (b).

En términos generales, las permeabilidades efectivas (m^2) y al gas (m/s) disminuyen conforme avanza el ensayo y el gas se transfiere entre ambos depósitos. Esta transferencia disminuye la diferencia de presión y la presión máxima aplicada en la muestra. La presión máxima afectaría localmente al vaciado de macroporos y a la presión efectiva sobre la muestra, por lo que su disminución produciría el sellado de las vías de paso de gas.

Dentro de este patrón general se dan excepciones, como en el caso del ensayo BT15_50 (Fase 4), en el que las permeabilidades aumentan repentinamente tras suceder el episodio de *breakthrough* (Figura 5.56). En otros ensayos, como BT1,4_50 (Fase 2) y BT1,5_50 (Fase 2), se produce un descenso inicial de las permeabilidades, que pasan a permanecer constantes durante un tiempo y experimentan un aumento en el tramo final del ensayo (Figura 5.57). Dicho aumento en las permeabilidades puede asociarse a un aumento en el número de trayectorias por las que transita el gas o ensanchamiento de las inicialmente establecidas, sin que se produzca su posterior sellado pues las presiones residuales alcanzadas tras los episodios son nulas. El ensanchamiento se produce por una serie de causas localizadas sobre la trayectoria, bien sea individuales o combinadas: dilatación mecánica por cambios en la tensión efectiva, retracción en el material por aumento de succión al paso de gas seco, etc. En la Fase 4 del ensayo BT1,5_50 es posible corroborar el no sellado de las trayectorias previamente abiertas durante el primer episodio ya que el

segundo *breakthrough* tiene lugar al momento, tras aumentar la diferencia de presión entre ambos depósitos.



Tras el episodio, no se mantiene la presión de inyección y, conforme esta cae, afecta localmente al vaciado de macroporos y a la presión efectiva en la muestra cerrando las trayectorias de paso de gas. Como consecuencia, la permeabilidad efectiva disminuye conforme la presión efectiva aumenta.

Las permeabilidades efectivas (m^2) calculadas a partir de las presiones de los depósitos de entrada y salida son iguales durante cada episodio; con alguna excepción en la que los valores divergen al final del episodio, cuando las presiones en ambos depósitos tienden a estabilizarse. Una posible hipótesis estaría relacionada con el comportamiento del gas almacenado en la porosidad invadida de la muestra al cesar el flujo entre los depósitos. A partir de ese momento, el gas seguiría entrando en la muestra hasta equilibrar su presión en la porosidad invadida con la presión de inyección, lo que generaría valores de flujo de entrada de gas mayores que los obtenidos en la salida, donde la mayor presión de gas en la

porosidad invadida debe equilibrarse con su presión con el depósito de salida. De lo expuesto, la permeabilidad efectiva sería mayor en la entrada que en la salida, indicando el punto de divergencia un cambio en las condiciones de transporte.

En la Figura 5.58 quedan representadas las permeabilidades efectivas obtenidas en cada uno de los episodios de *breakthrough* frente a la densidad seca, calculada tras cada ensayo. Las muestras de menor densidad seca desarrollan presiones de hinchamiento menores, lo que podría facilitar la formación inicial de caminos preferentes (Gutiérrez-Rodrigo *et al.*, 2015), y su regeneración en posteriores episodios de *breakthrough*. Este es el caso para los segundos episodios de *breakthrough*, en los que aparece una disminución de la permeabilidad efectiva conforme aumenta la densidad seca (ajuste exponencial, Figura 5.58). Estos resultados, a su vez, corroborarían que el flujo de gas tiene lugar a través de la muestra y no en contacto con la pared de la celda.

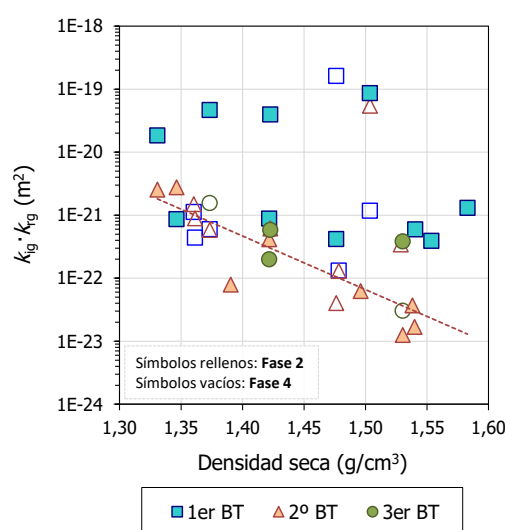


Figura 5.58. Permeabilidad efectiva obtenida en cada episodio de *breakthrough* frente a la densidad seca posterior al ensayo de las Fases 2 y 4. Ajuste exponencial de los 2ºs episodios de *breakthrough*.

Las permeabilidades efectivas de los diferentes episodios sucedidos durante una fase son muy semejantes entre sí (Figura 5.59, ensayos con densidades secas de 1,36 y 1,37 g/cm³), incluso aquellas correspondientes a los segundos y terceros episodios (Figura 5.59, ensayo con densidad seca de 1,46 g/cm³) tienden a ser inferiores. Después de la resaturación (Fase 4, Figura 5.59, ensayos con densidades secas de 1,36 y 1,48 g/cm³), las permeabilidades efectivas siguen siendo del mismo orden de magnitud. Hildenbrand *et al.* (2002) observaron una tendencia similar en los valores de permeabilidad obtenidos en ensayos repetidos sobre una misma muestra.

Una posible explicación sería que las modificaciones inducidas por el episodio de *breakthrough* en la estructura porosa del material son de tipo reversible o que la estructura se restablece con propiedades equivalentes a la existente previa, incluso sin la resaturación entre episodios de un mismo ensayo.

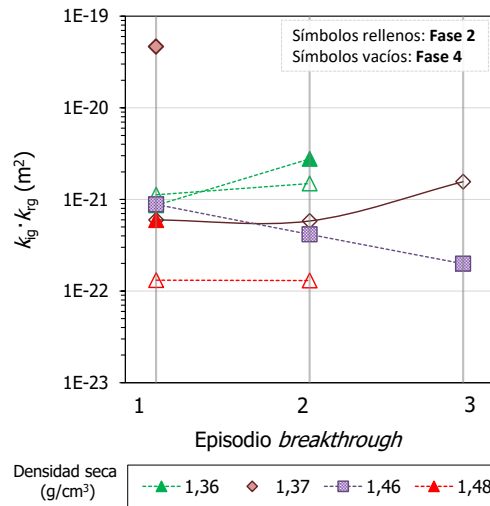


Figura 5.59. Permeabilidad efectiva frente al número de episodios de las Fases 2 y 4 de un conjunto de ensayos representativos. En la leyenda se muestra la densidad seca tras finalizar la Fase 4 (g/cm³).

Como se comentó en el apartado 5.2.4, las presiones residuales se pueden asociar a la presión mínima de desplazamiento capilar de la muestra (equivalente a la diferencia de tensiones efectivas locales de la zona bloqueada al paso de gas). Al representar la permeabilidad efectiva frente a las presiones residuales obtenidas tras finalizar los episodios (siguiendo a Hildenbrand *et al.*, 2002), se observa que el aumento de la presión residual se acompaña de la disminución en el valor de permeabilidad efectiva (Figura 5.60). Otros autores (Pusch *et al.*, 1985; Gallé y Tanai, 1998; Harrington y Horseman, 1999; Gallé, 2000) han presentado tendencias semejantes.

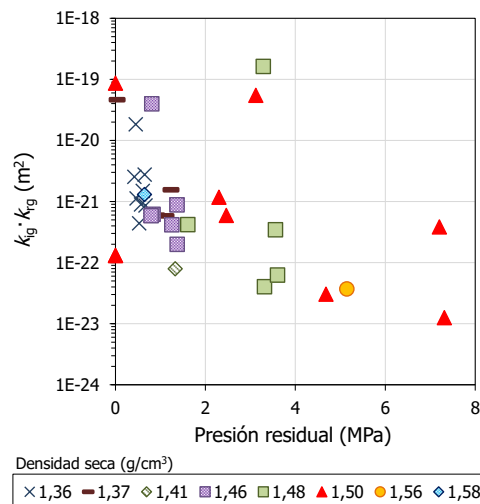


Figura 5.60. Permeabilidad efectiva frente a las presiones residuales en función de la densidad seca tras finalizar los episodios de breakthrough (g/cm³) de las Fases 2 y 4.

Presiones residuales reducidas indicarían que toda la muestra ha estado sometida a una tensión efectiva similar, por lo que es de suponer que una presión de hinchamiento homogénea, característica de muestras saturadas de baja densidad seca que permiten flujo estable de gas y evitan la acumulación de gas residual en la estructura porosa. Sin embargo, presiones residuales elevadas indicarían una variación importante de la tensión efectiva a lo largo de la trayectoria, característica de variaciones locales en densidad seca y saturación, propias a su vez de muestras con una mayor densidad seca.

Las permeabilidades efectivas de mayor valor ($>1,8 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$) parecen estar asociadas a los episodios graduales de *breakthrough* que se estabilizan de forma más rápida (pero no instantánea, porque en estos no es posible el cálculo de una permeabilidad aparente), asociadas a flujos de gas elevados y breves en el tiempo (Figura 5.61). Por debajo de esos valores, los tiempos de estabilización son muy variables y dependen de las características del ensayo y la cinética del proceso en curso (que depende del material, de su densidad seca, de las modificaciones estructurales y de la geometría del ensayo).

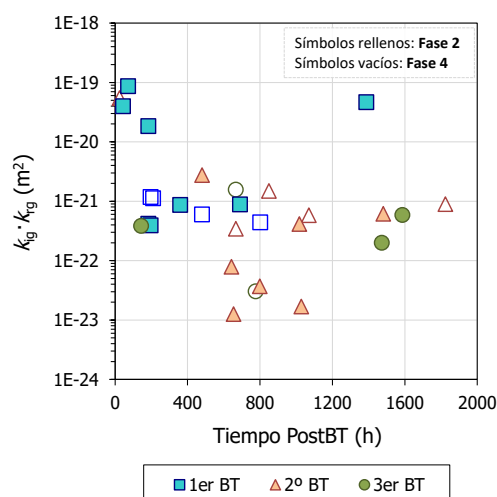


Figura 5.61. Permeabilidad efectiva frente al tiempo durante el que hay flujo de gas a través de la muestra (PostBT) para cada uno de los episodios de las Fases 2 y 4.

Existen ensayos (BT1,3_50(2): 2º BT-Fase 4, Figura 5.62) en los que las presiones en los depósitos de entrada y salida no llegan a estabilizarse completamente incluso transcurrido un largo periodo de tiempo, registrando una caída lenta y continua en la diferencia de presión. En dichos casos, los caminos establecidos no se cierran y debido a su escaso flujo de gas, se puede suponer que son reducidos en número con secciones reducidas o mal interconectadas. Una posible causa es que, al permitir un periodo de tiempo más largo, el gas es capaz de movilizarse lentamente por difusión. En Horseman *et al.* (1999) lo asocian a un proceso difusivo el flujo de gas remanente que registran tras finalizar el ensayo.

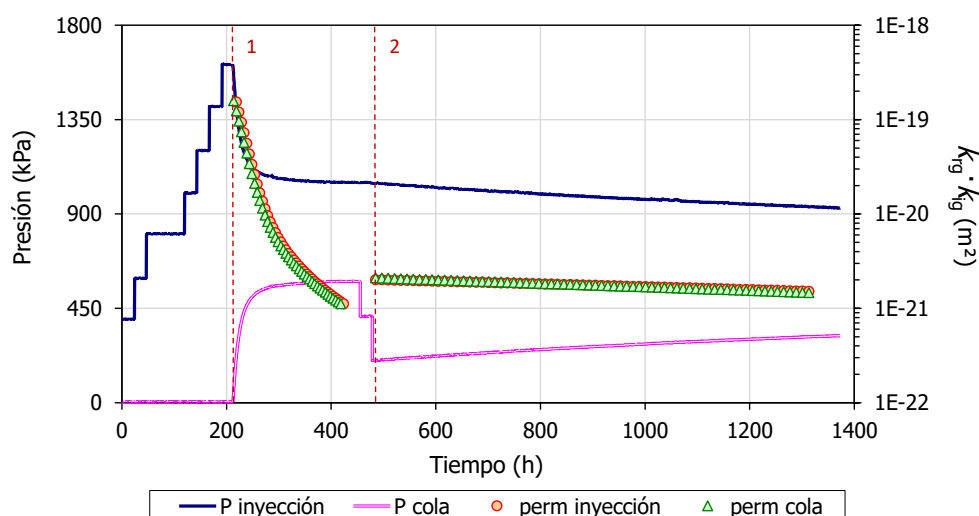


Figura 5.62. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida y, permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50(2).

Al representar las permeabilidades efectivas calculadas en los ensayos de permeabilidad al gas en muestras no saturadas y las de los ensayos de *breakthrough* en muestras saturadas, se muestra una caída en la permeabilidad efectiva de varios órdenes de magnitud del estado no saturado al saturado (Figura 5.63a). En la Figura 5.63b se observa el descenso abrupto que se produce en los valores de permeabilidad efectiva con el aumento en el grado de saturación de las muestras por encima del 97 % (valor a partir del cual no se registró un flujo de gas en muestras FEBEX no saturadas analizadas en el permeámetro de carga fija, a baja presión), antes hay que tener en cuenta que los valores de permeabilidad obtenidos después del *breakthrough* tienen las limitaciones que ya se han comentado al inicio de este apartado.

En las muestras no saturadas es evidente que un aumento en la densidad seca se traduce en un descenso importante en la permeabilidad efectiva. En el caso de las muestras saturadas, ese descenso es menos acusado.

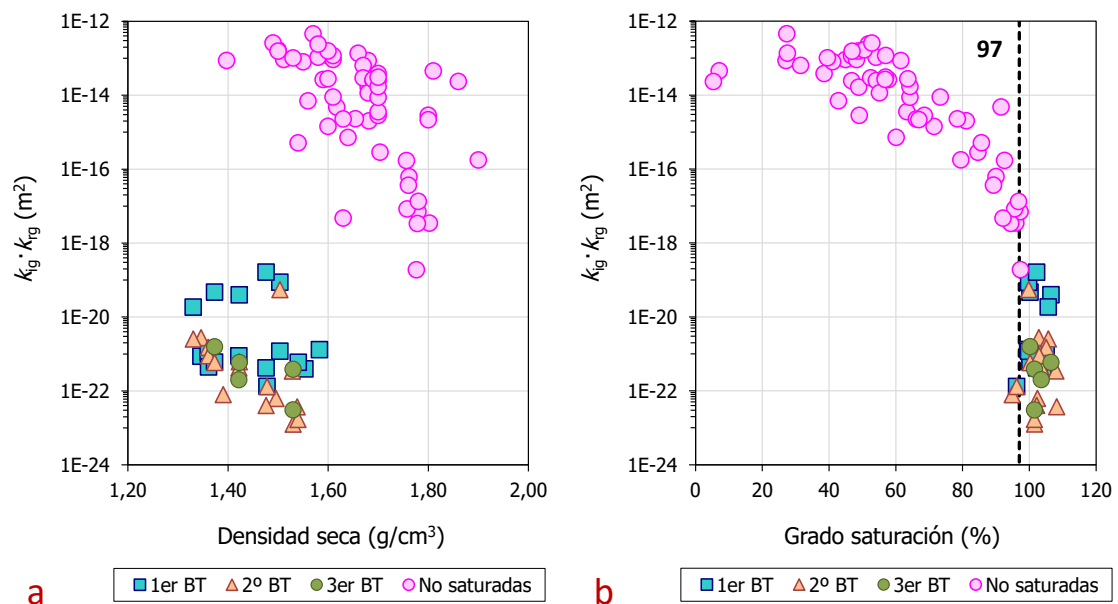


Figura 5.63. Permeabilidad efectiva obtenida frente: (a) a la densidad seca y, (b) el grado de saturación de los ensayos de permeabilidad al gas (muestras no saturadas) y de breakthrough (muestras saturadas).

El descenso en la permeabilidad efectiva con el aumento en el grado de saturación y la densidad seca de las muestras también ha sido observado por numerosos autores (Volckaert *et al.*, 1995; Tanai *et al.*, 1997; Gallé y Tanai, 1998; Villar, 2000; Villar y Lloret, 2001), variando el efecto según los materiales ensayados. Volckaert *et al.* (1995) vieron que con un grado de saturación $>90\%$ dejaba de existir una fase continua de gas en la arcilla Boom. Tanai *et al.* (1997) y Gallé y Tanai (1998) observaron ese mismo comportamiento, aunque para grados de saturación $>72\%$ y $>97\%$ en la bentonita Kunigel V1 y Fo-Ca, respectivamente. En muestras de bentonita FEBEX, Villar (2000) observó una disminución brusca en la permeabilidad al gas conforme el grado de saturación era mayor (entre el 65 y el 80 % dependiendo de la densidad seca de las muestras), lo cual indicaba una discontinuidad en la fase gaseosa.

Conforme el material aumenta su grado de saturación, el agua pasa a rellenar la porosidad disponible para el paso de gas y, por tanto, se produce un descenso en el número de

trayectorias disponibles para el transporte del gas y, consecuentemente, en la permeabilidad. La aproximación al estado de completa saturación en los materiales expansivos conlleva una modificación de la estructura porosa produciendo el cierre de la macroporosidad (Villar y Lloret, 2001). La disminución de la macroporosidad con la disminución de la succión no se produce a la misma velocidad para los diferentes rangos de succión. Los cambios importantes en la microestructura se registraron solo para succiones menores de 10 MPa, donde la saturación produce la expansión de los agregados en el espacio vacío entre agregados. Estos cambios en la macroporosidad explican las grandes diferencias observadas entre los valores de permeabilidad intrínseca medidos para muestras secas y saturadas (Lloret y Villar, 2007).

Graham *et al.* (2002) consideran que el agua estructurada entre las partículas de arcilla en los materiales bentoníticos puede llegar a bloquear completamente los poros de menor tamaño formando geles en los poros de mayor tamaño e inhibiendo el movimiento de agua bajo un gradiente de presión de gas. Estos autores sugieren que por encima de un grado de saturación del 93 % la resistencia al gas es muy elevada en bentonita.

De todas formas, hay que tener en cuenta que las permeabilidades calculadas en los ensayos de *breakthrough* son una aproximación, ya que no es concluyente que el flujo de gas sea bifásico y, por lo tanto, tienen una validez limitada.

5.2.8. Cambios en las propiedades de las muestras durante los ensayos

Durante el transcurso de los ensayos de saturación y *breakthrough*, las muestras en el interior de las celdas experimentan cambios en sus propiedades (densidad seca, humedad y grado de saturación), que se analizarán a continuación en mayor detalle. Para ello, se utilizarán solamente las muestras de las que se disponen todos los parámetros necesarios.

5.2.8.1. Densidad seca

Las muestras sufren cambios en la densidad seca después de estar sometidas a ensayos de saturación y/o de *breakthrough* (Tabla 5.9), que se manifiestan por cambios en su altura. Durante la saturación, aunque la bentonita se encuentre confinada en el interior de la celda de acero, es posible cierta expansión debido a la compresión de los geotextiles presentes en ambos extremos. Además, según la densidad seca a la que haya sido montada la muestra, también puede sufrir una ligera compresión durante el ensayo de *breakthrough* debido a las elevadas presiones aplicadas durante dicho ensayo.

En la Figura 5.64 quedan representadas las alturas y densidades secas correspondientes al estado inicial (Fase 1) y tras finalizar el último ensayo de *breakthrough* (al finalizar la Fase 4 y, en los ensayos BT1,7_50/5, BT1,5_38/2 y BT1,8_50/2, al finalizar la Fase 2) de un conjunto de muestras representativas.

En el gráfico se pueden trazar dos líneas, correspondientes a las densidades secas de 1,44 y 1,54 g/cm³, que marcan dos tipos de comportamiento, sin importar la altura de las muestras (2,0 o 5,0 cm): (1) las muestras con una densidad seca inicial <1,44 g/cm³, registran consolidaciones con respecto a su estado inicial y, (2) las muestras con una densidad seca

inicial $>1,54 \text{ g/cm}^3$, presentar expansiones al finalizar los ensayos. En ambos casos, los cambios de densidad van acompañados de una reorganización estructural.

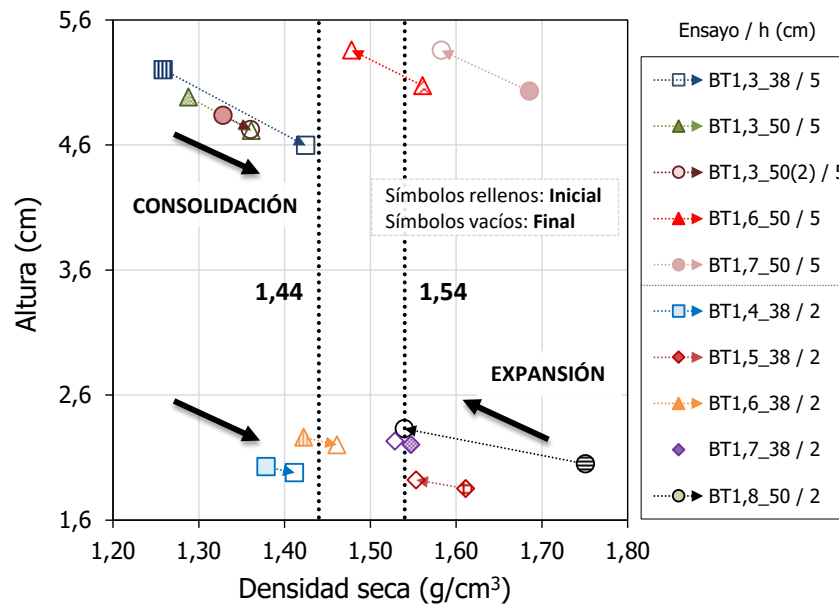


Figura 5.64. Alturas iniciales disponible y tras finalizar los ensayos de breakthrough (Fase 4) de las muestras frente a su densidad seca correspondiente. Por falta de Fase 4, en los ensayos BT1,7_50 / 5, BT1,5_38 / 2 y BT1,8_50 / 2 se representan las alturas medidas tras la Fase 2.

En general, la expansión se produce durante la saturación de las muestras con las densidades más elevadas. Además, las elevadas presiones de gas aplicadas en los ensayos de *breakthrough* no parecen afectar a estas muestras, por su mayor presión de hinchamiento, pero sí a las muestras con densidades más bajas, produciendo en ellas cierta consolidación, no recuperable durante la resaturación, puesto que las celdas mantienen su volumen constante.

5.2.8.2. Humedad y grado de saturación

Las muestras sufren cambios en la humedad y el grado de saturación después de estar sometidas a ensayos de saturación y/o de *breakthrough* (Tabla 5.10). En términos generales, la bentonita aumenta su humedad y su grado de saturación durante la saturación, y ambos parámetros disminuyen tras los ensayos de *breakthrough*.

La humedad suele disminuir ligeramente, con un valor promedio de $1,1 \pm 0,7 \%$, tras los ensayos de *breakthrough* (Fases 2 y 4), que tiende a recuperarse en el siguiente ensayo de saturación (Fase 3, Figura 5.65). En las muestras de densidad seca $>1,54 \text{ g/cm}^3$ la humedad alcanzada en la Fase 3 tiende a ser mayor que la de la Fase 1.

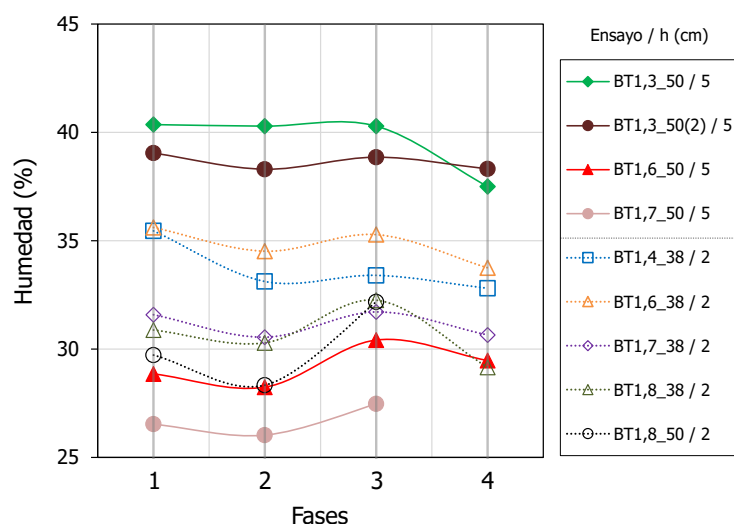


Figura 5.65. Humedad tras finalizar cada una de las fases para un conjunto de ensayos representativos con alturas de 5,0 y 2,0 cm.

La Figura 5.66 representa la relación entre la pérdida de humedad y el tiempo total (incluyendo todos los episodios) durante el que pasa gas a través de la muestra. Aunque es de suponer una mayor pérdida de humedad para tiempos mayores, y viceversa, no se observa dicho comportamiento. Existe un amplio rango en las diferencias de humedad registradas (0,05-3,11 %) tanto para tiempo cortos (<2 h, correspondientes a episodios instantáneos, sobre el eje de ordenadas), como para el resto de episodios más o menos graduales (entre 100 y 6600 h).

En ausencia de un secado apreciable de la muestra, Push y Forsberg (1983) y Harrington y Horseman (1999) proponen que el paso de gas se produce como fase independiente mediante procesos mecánicos de apertura (fracturación) y dilatación de trayectorias, no mediante un flujo bifásico global. Durante la creación y la dilatación de las trayectorias, una pequeña parte del agua en el seno del material arcilloso puede desplazarse (flujo bifásico local) pero sin generar variaciones en la humedad total de la muestra (Volckaert et al., 1995; Ortiz *et al.*, 2002).

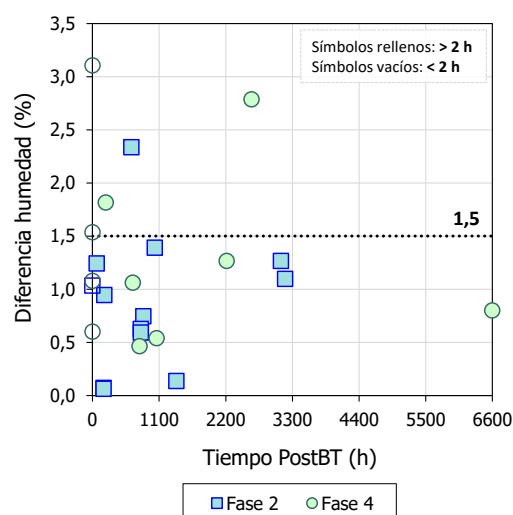


Figura 5.66. Diferencia de humedad entre los ensayos de saturación y breakthrough frente al tiempo total durante el que hay flujo de gas a través de la muestra (PostBT) de las Fases 2 y 4.

Por tanto, y como regla general, las menores diferencias de humedad durante los ensayos de *breakthrough* estarían relacionadas con los procesos mecánicos descritos anteriormente; mientras que las mayores diferencias estarían relacionadas con los procesos de desplazamiento de agua por la fase gaseosa.

Sin embargo, la cantidad de agua que se ha podido recoger en los conductos de salida tras los ensayos de *breakthrough* supone una pérdida despreciable de humedad (en el rango de 0,013-0,032 %), que no explica la pérdida observada por pesada.

La existencia de episodios de corta duración con elevada pérdida de agua indica la posibilidad de algún defecto en el montaje de la celda o algún fallo en la ejecución del procedimiento seguido durante el desmontaje, que haya impedido la determinación precisa del agua desplazada.

En la Figura 5.67 quedan representados los grados de saturación frente a la densidad seca al finalizar cada una de las fases del ensayo. Al tratarse, en muchos casos de agua adsorbida, la densidad del agua puede ser $>1 \text{ g/cm}^3$, dando lugar a grados de saturación inexactos $>100 \%$ (Marcial, 2001; Villar, 2002). Como es de esperar, al finalizar los ensayos de saturación (Fases 1 y 3), las muestras se encuentran más saturadas que tras finalizar los ensayos de *breakthrough* (Fases 2 y 4). Conforme aumenta la densidad seca se registra un aumento en los grados de saturación de las muestras, que se relaciona con un aumento del porcentaje de agua fuertemente adsorbida (con densidad superior al agua libre, Villar, 2000).

La mayoría de las muestras se encuentran completamente saturadas ($S_r > 100 \%$) tras las fases de saturación (Fases 1 y 3) previas a los dos ensayos de *breakthrough* (Fases 2 y 4), excepto en tres ocasiones (Figura 5.67, recuadro). Esas excepciones, corresponden a los ensayos BT1,3_38 (Fase 2), BT1,3_50(2) (Fase 2) y BT1,4_38_h2 (Fase 4) y, a pesar de encontrarse ligeramente por debajo de la completa saturación, las presiones de *breakthrough* registradas son semejantes a sus correspondientes en estado completamente saturado.

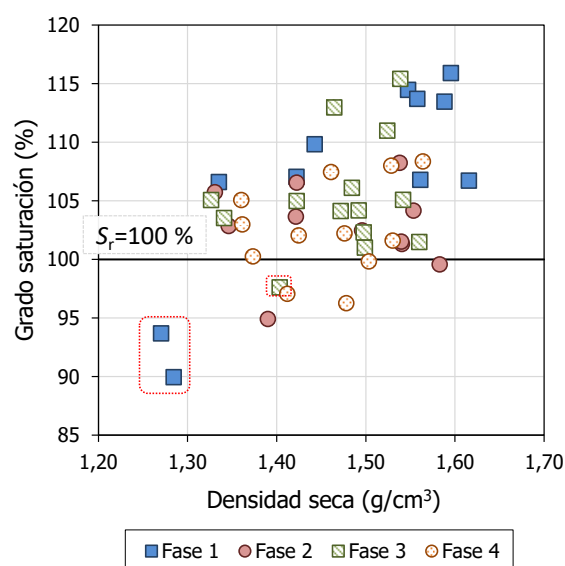


Figura 5.67. Grado de saturación frente a la densidad seca tras finalizar cada una de las fases del ensayo.

Al analizar de manera individual la evolución en el grado de saturación en un conjunto de ensayos representativos (Figura 5.68), se observa que las muestras que menos varían su altura y densidad seca (BT1,4_38, BT1,6_38 y BT1,7_38 de 2 cm de altura, Figura 5.64), sufren oscilaciones más pronunciadas en el grado de saturación, a diferencias de aquellas muestras en las que se producen mayores cambios de densidad seca que mantienen su grado de saturación más constante. Dicho comportamiento no parece relacionarse con los cambios en la densidad seca de las muestras (Figura 5.69a, b), por lo que probablemente se deba a una combinación de ambas.

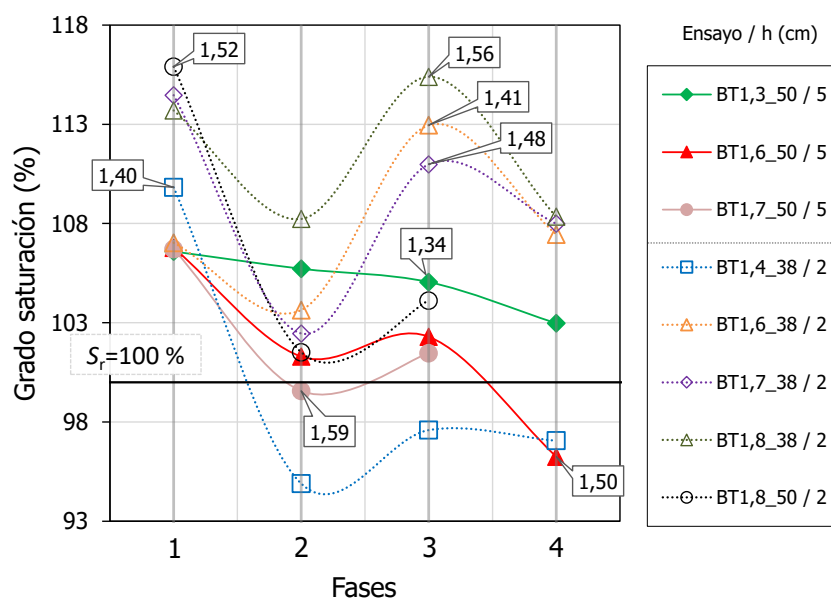


Figura 5.68. Grado de saturación tras finalizar cada una de las fases de un conjunto de ensayos representativos. Las etiquetas muestran la densidad seca final (g/cm^3).

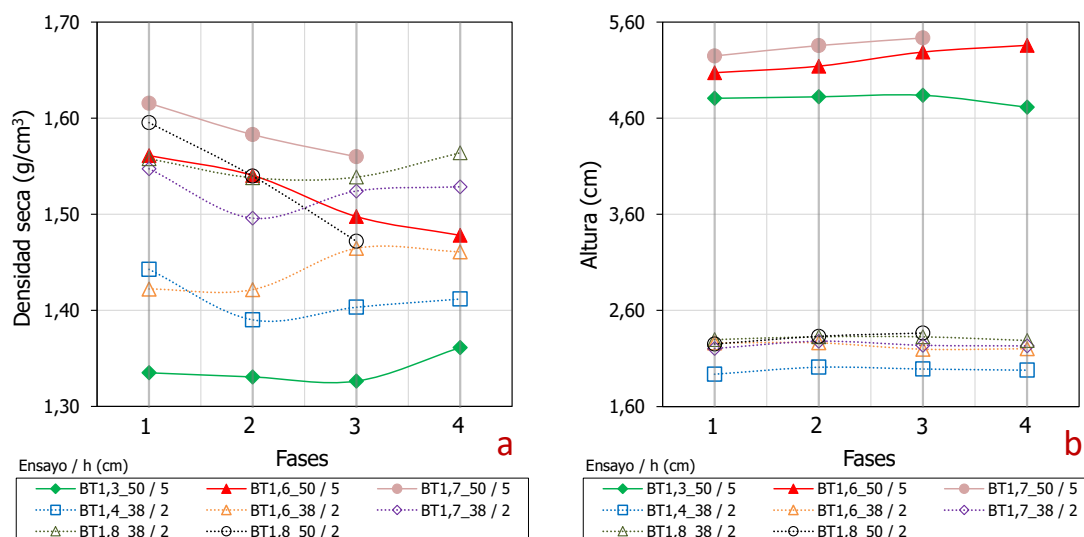


Figura 5.69. Densidad seca (a) y altura (b) en cada una de las fases de un conjunto de ensayos representativos.

5.2.9. Estado final de las muestras

Tras finalizar los ensayos, se extraen las muestras de sus respectivas celdas y se procede a realizar una serie de análisis por secciones: humedad y densidad seca, porosimetría por intrusión de mercurio y determinación de los espaciados basales mediante difracción de rayos X. Dichos análisis se realizan con la intención de detectar posibles cambios microestructurales inducidos por el transporte de gas.

5.2.9.1. Humedad y densidad seca

En las muestras saturadas de bentonita FEBEX se ha determinado la humedad y densidad seca por secciones (3 o 2), en función de altura de las muestras (5 o 2 cm). En la Figura 5.70 se muestra el aspecto de la bentonita tras haber sido extraída de la celda de acero. La muestra compacta de bentonita presenta un aspecto homogéneo en el que se diferencian tipos de granos minerales con diferentes coloraciones predominando el color verde oliva oscuro sobre el resto de tonalidades. A pesar de la distinta coloración, estos granos presentan en su mayoría igual composición mineralógica y están, en su mayor parte, constituidos por esmectita, aunque presenten la forma y coloración de los granos minerales de los que procedan (ENRESA, 2006).



Figura 5.70. Vista lateral de la muestra BT1,4_50 tras su extracción de la celda de acero durante el desmontaje.

En la mayoría de las muestras analizadas, la sección superior por la que se inyecta el gas se encuentra ligeramente más seca (en el rango de 0,3-1,7 %) debido a su contacto directo con el gas nitrógeno seco inyectado durante los ensayos de *breakthrough*. El secado del extremo superior tiene un efecto directo sobre la densidad seca de la muestra, dando como resultado valores superiores en dicho extremo que también pueden haberse originado durante la compactación. Las humedades presentan desviaciones estándar (calculadas a partir de tres secciones diferentes de cada muestra) comprendidas entre 0,1% (sin modificación en la práctica) y 1,1 % (con una variación importante); las desviaciones estándar de las densidades secas finales varían 0,002 y 0,05 g/cm³, con un significado similar.

Con el objetivo de determinar si se produce el transporte de gas a través de la interfase entre la muestra y la celda se analizaron las humedades en secciones de muestra pertenecientes a las zonas externas (en contacto con la celda) e internas tras el desmontaje. No existen diferencias significativas entre las humedades exteriores e interiores analizadas

en cuatro de las muestras de bentonita FEBEX sin junta conectadas al ensayo de *breakthrough* (Figura 5.71, BT1,3_38, BT1,3_50, BT1,6_50 y BT1,8_38). Estos resultados, junto con el ensayo realizado en la celda ranurada y la relación entre la presión de *breakthrough* y la densidad seca, apoyan la idea de que el flujo de gas tiene lugar a través de la muestra y no en el contacto con la pared de la celda.

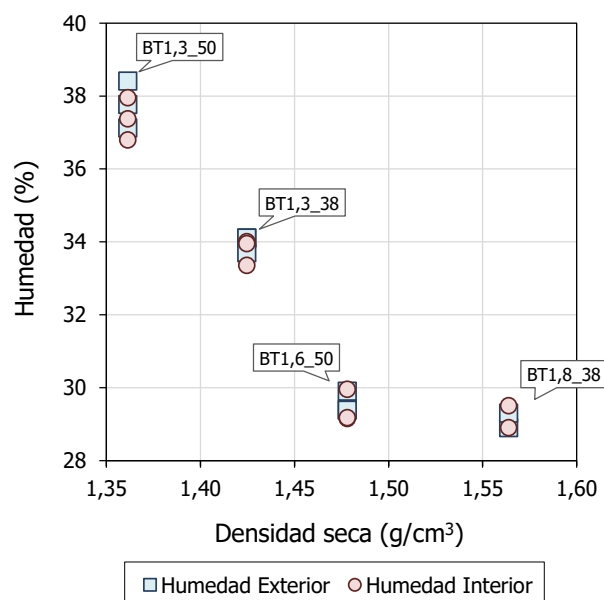


Figura 5.71. Humedades obtenidas tras el desmontaje de las secciones exterior e interior de la probeta frente a la densidad seca densidad tras finalizar la Fase 4.

5.2.9.2. Porosimetría por intrusión de mercurio y difracción de rayos X

Se ha realizado un análisis porosimétrico por secciones (parte superior e inferior) en 6 muestras de bentonita FEBEX saturada sin interfase, con la intención de analizar las modificaciones sufridas en su estructura interna tras ser sometidas a los ensayos de *breakthrough*. También se han realizado análisis de difracción de rayos X en algunas secciones sobre muestra recién extraída y sin ningún tipo de tratamiento. El objetivo es determinar la variación del espaciado basal $d(001)$ como resultado de la hidratación de la esmectita.

Puesto que las muestras se han ensayado tras saturarlas, se ha analizado en primer lugar el efecto de la saturación sobre la distribución del tamaño de poros. La Figura 5.72 refleja dos curvas porosimétricas típicas de dos muestras de bentonita FEBEX (Villar, 2013) con densidades secas de 1,40 y 1,60 g/cm³ compactadas con su humedad higroscópica (14,0 %). Ambas presentan un porcentaje similar en el rango de la mesoporosidad (que no se altera por la compactación), con dos familias en el rango de macroporosidad de las cuales, la principal disminuye su amplitud y su moda con el aumento de densidad seca. La tabla que recoge los resultados de las porosimetrías de estas dos muestras se encuentra en el apartado 3.1.

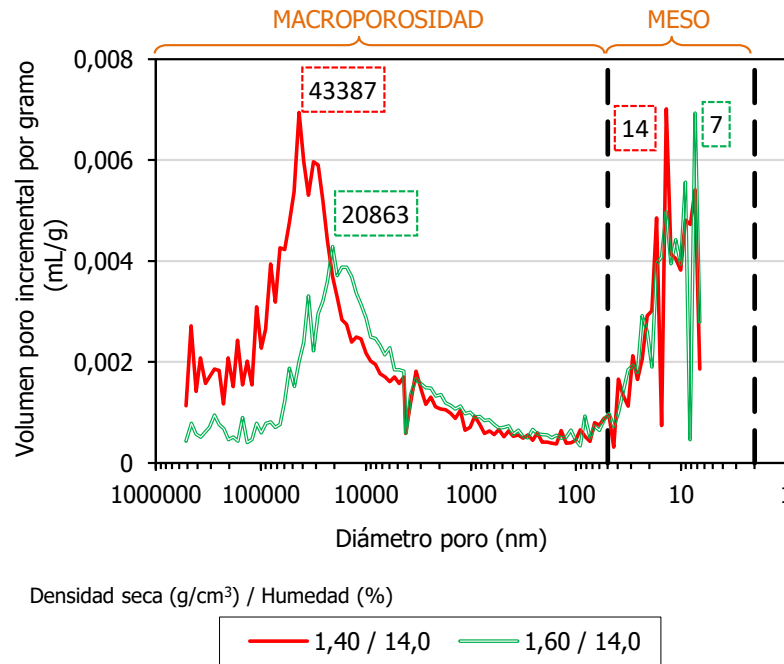


Figura 5.72. Distribución del diámetro de poro de dos muestras de bentonita FEBEX compactadas con su humedad higroscópica.

Durante la hidratación, la expansión de los minerales esmectíticos produciría el cierre de poros de mayor tamaño (Tabla 5.15), generando nuevas familias de poros, cuyo tamaño dependerá del estado de confinamiento y tensional durante el ensayo. (Romero y Simms, 2008).

Tabla 5.15. Clasificación de los tipos de porosidad (Stepkowska, 1990) y tamaños de poros (Sing et al., 1985).

Porosidad	Tamaño de poro	Diámetro
Inter-agregado	Macroporos	$D > 50 \text{ nm}$ (500 \AA)
	Mesoporos	$50 > D > 2 \text{ nm}$ (20 \AA)
Intra-agregado	Microporos	$D < 2 \text{ nm}$ (20 \AA)
Interlaminar	--	$10 > D > 1 \text{ \AA}$

Siguiendo a Lloret y Villar (2007), la porosidad inter-agregados (macro) se reduce por la expansión de los agregados en el espacio vacío entre ellos y como consecuencia de las elevadas presiones que puedan desarrollarse durante la saturación a volumen casi constante. Las modificaciones de la estructura previa presentarán picos cuya magnitud será función de la carga aplicada (en este caso, la presión de hinchamiento dependiente a su vez de la densidad seca). A mayor carga (o densidad seca), menor magnitud de pico.

Desde un punto de vista mecánico, el hinchamiento de la bentonita al saturarse ocurre a escala microestructural, donde los cambios en la microporosidad son controlados por interacciones físico-químicas en las interláminas minerales. Estos cambios son

prácticamente reversibles e independientes de la macroporosidad, pero generan una serie de acomodaciones a escala macroestructural de tipo irreversible (Romero, 2015).

La microestructura tiene mayor influencia en el comportamiento en muestras con una elevada densidad seca; mientras la macroestructura lo hace en muestras con estructuras más abiertas. El efecto global depende del estado final de la macroestructura, abierta o cerrada, y determinado por el tipo de arcilla, por su densidad o por su humedad.

Por lo tanto, durante los ensayos de saturación se produce una reducción en los tamaños de poros en el rango de la macroporosidad, con mayor importancia en las muestras de menor densidad seca, con mayores tamaños de poro en su macroporosidad (Figura 5.72, Figura 5.73 y Figura 5.74). Así, la moda de la familia principal de macroporos en la muestra de menor densidad ($1,40 \text{ g/cm}^3$) se desplaza hacia diámetros menores al saturarse. Ese desplazamiento se debe a la destrucción de los poros de mayor tamaño ($>10 \mu\text{m}$) y su transformación en poros de menor tamaño.

Por el contrario, en la muestra de mayor densidad seca, sin grandes poros ($<60 \mu\text{m}$) en su macroporosidad inicial y con una mayor presión de hinchamiento, la macroporosidad intermedia ($1\text{-}40 \mu\text{m}$) desaparece convirtiéndose en macro ($>60 \mu\text{m}$) y mesoporosidad.

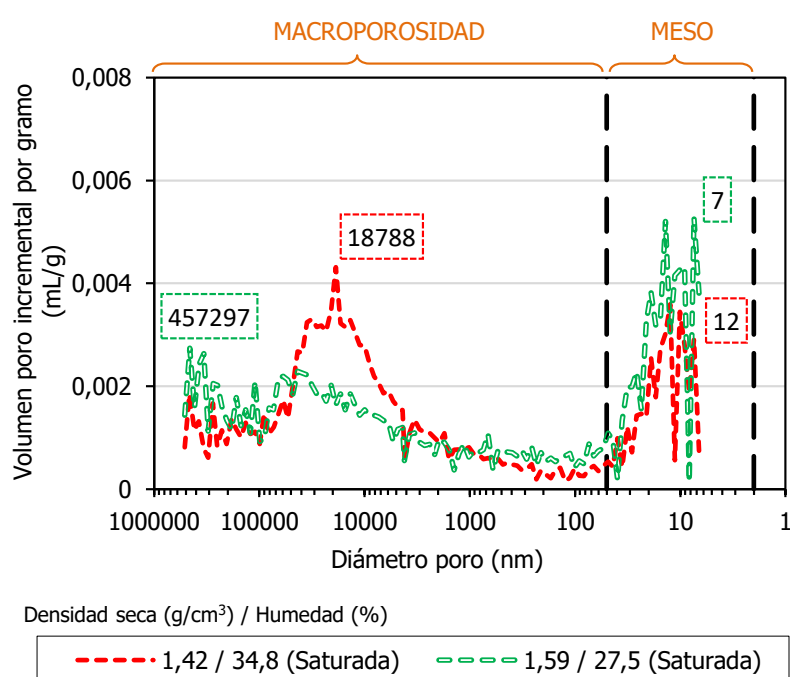


Figura 5.73. Distribución del diámetro de poro de dos muestras de bentonita FEBEX compactadas y saturadas a volumen constante.

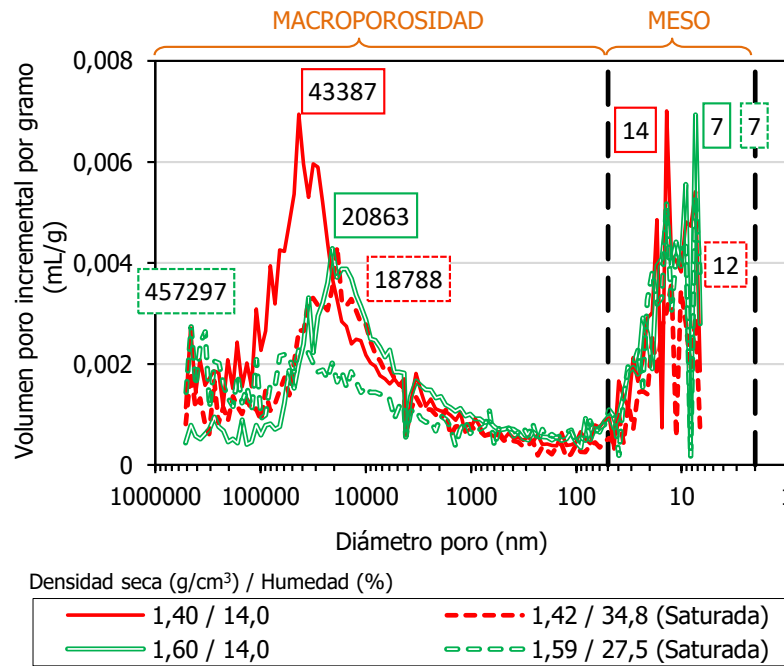


Figura 5.74. Distribución del diámetro de poro de las muestras de bentonita FEBEX compactadas con su humedad higroscópica (línea continua) y saturadas volumen constante (línea discontinua).

En la Figura 5.75 quedan representadas las curvas porosimétricas de cada una de las muestras ensayadas, junto con su respectiva muestra de la misma densidad seca, saturada a volumen constante y sin paso de gas. La Tabla 5.16 recoge los principales parámetros obtenidos en las porosimetrías y difracción de rayos X. El análisis porosimétrico individualizado de cada las muestras analizadas se encuentra incluido en su correspondiente ensayo en el Anexo IV.

En la mayoría de las muestras se observan dos familias bien diferenciadas, una dentro del rango de la macroporosidad y otra en el rango de la mesoporosidad (Figura 5.75a,b,d), distribución habitual de la bentonita FEBEX (apartado 3.1). Sin embargo, en aquellas muestras de mayor densidad seca ($>1,50$ g/cm³, Figura 5.75c,e) se desarrolla una nueva familia en el rango de la macroporosidad de mayor tamaño. Dichas muestras tienen en común las elevadas presiones de *breakthrough* registradas en sus ensayos ($\sim 8,0$ MPa), aunque no parecen responder a un tipo de episodio concreto, ya que suceden tanto de tipo instantáneo como gradual. Tampoco parecen responder a episodios con presiones residuales próximas a 0, descartando la hipótesis de una posible fracturación permanente. En el ensayo en el que más clara se observa esa nueva familia de macroporos (Figura 5.75c, BT1,6_50), en ninguno de los ensayos de *breakthrough* realizados (Fases 2 y 4), la muestra registró un paso de gas instantáneo tras modificar la diferencia de presión (no se selló tras los primeros episodios), no pudiéndose forzar segundos episodios. Se observa una debilitación de la muestra probablemente asociada a la creación de esa nueva familia de macroporos. Las porosimetrías no distinguen entre poros y fracturas, por lo que los poros más grandes que aparecen podrían tratarse de fracturas que permiten el paso instantáneo de gas.

En cuanto a los porcentajes, la mesoporosidad se mantiene constante en el conjunto de ensayos analizados, mientras que la macroporosidad disminuye y se produce un aumento de la microporosidad conforme aumenta la densidad seca de las muestras (Villar *et al.*,

2012e). La moda correspondiente al rango de la mesoporosidad es semejante en todos los ensayos variando entre 7-15 nm. Sin embargo, en el rango de la macroporosidad se registran modas de un tamaño comprendido entre 13 y 43 μm , excepto en aquellas muestras en las que se ha formado una nueva familia de poros en la macroporosidad con modas entre 180 y 375 μm . Existe un caso, no del todo claro, con una moda de 73 μm que podría asociarse a una nueva familia de poros.

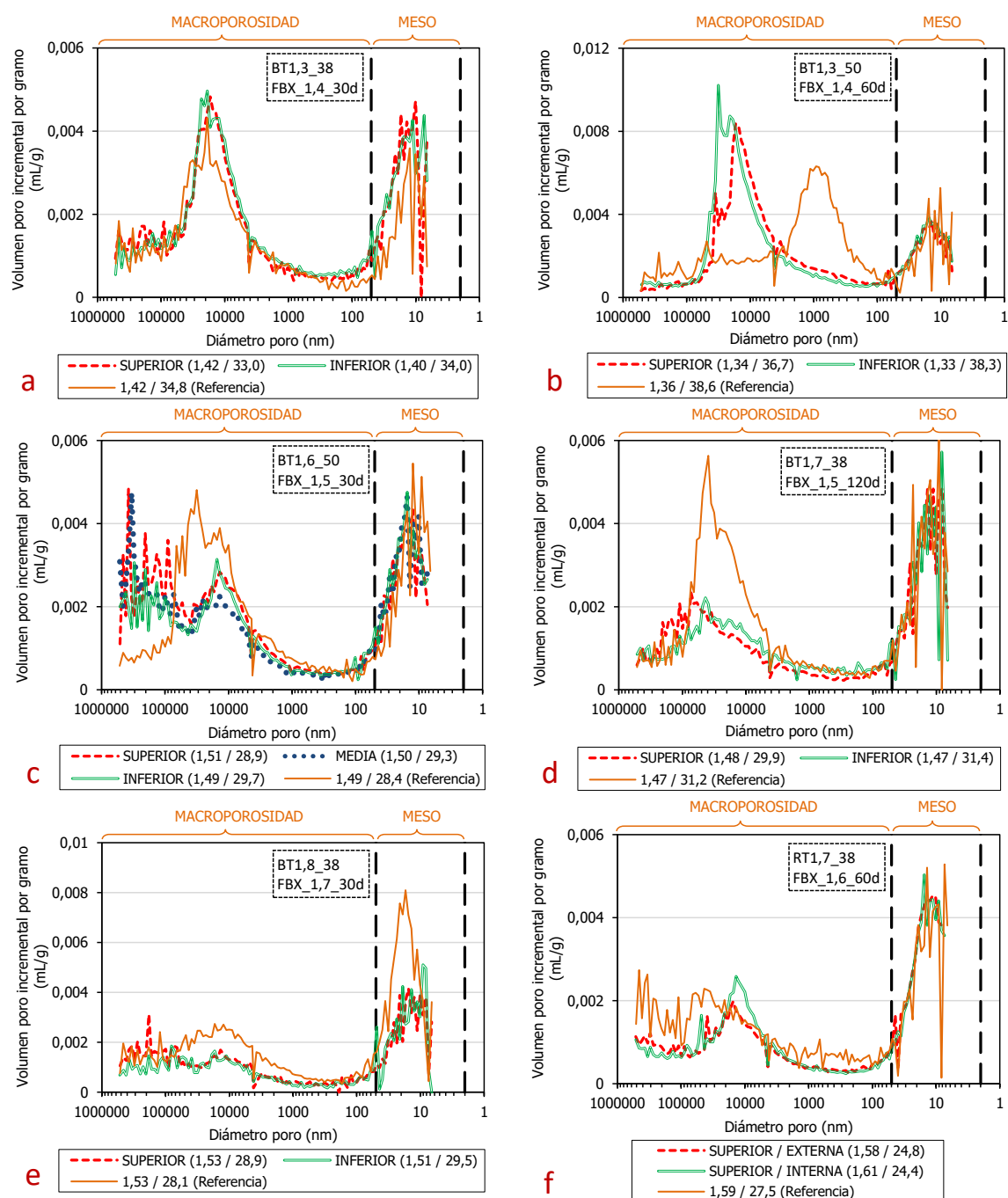


Figura 5.75. Distribución del diámetro de poro en las diferentes secciones realizadas en las muestras de bentonita FEBEX sin interfase tras el desmontaje del ensayo de breakthrough. En cada gráfica se incluye su muestra de referencia de la misma densidad seca, saturada a volumen constante y sin ensayar. En la leyenda se muestran la densidad seca y la humeada tras el desmontaje (g/cm^3 / %).

Tabla 5.16. Resultados de la porosimetría por intrusión por mercurio y difracción de rayos X de las muestras de bentonita FEBEX sin interfase tras el desmontaje del ensayo de breakthrough. Para cada ensayo se incluye su muestra de referencia de la misma densidad seca, saturada a volumen constante y sin ensayar.

Ensayo	Sección	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm	Espaciado (Å) ^(b)
				Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)	
BT1,3_38	SUPERIOR	1,42	33,0	39	16931	17	10	44	16,8
	INFERIOR	1,40	34,0	39	18793	17	7	44	16,9
FBX_1,4_30d	Sin ensayar	1,42	34,8	35	18788	11	12	55	--
BT1,3_50	SUPERIOR	1,34	36,7	47	16929	13	14	40	--
	INFERIOR	1,33	38,3	49	31661	14	15	37	--
FBX_1,4_60d	Sin ensayar	1,36	38,6	55	917	13	10	33	--
BT1,6_50	SUPERIOR	1,51	28,9	47	375251	18	12	35	16,9
	MEDIA	1,50	29,3	41	333180	19	15	40	17,4
	INFERIOR	1,49	29,7	39	15251	19	15	42	17,7
FBX_1,5_30d	Sin ensayar	1,49	28,4	44	31660	19	12	37	--
BT1,7_38	SUPERIOR	1,48	29,9	25	73177	18	8	56	16,6
	INFERIOR	1,47	31,4	26	43369	18	8	56	16,8
FBX_1,5_120d	Sin ensayar	1,47	31,2	41	39046	18	9	41	--
BT1,8_38	SUPERIOR	1,53	28,9	29	183347	18	15	53	15,3
	INFERIOR	1,51	29,5	24	81050	18	9	58	15,8
FBX_1,7_30d	Sin ensayar	1,53	28,1	42	16925	32	17	26	--
Celda ranurada									
RT1,7_38	SUP ^(c) / EXT ^(c)	1,58	24,8	27	15245	23	11	51	--
	SUP/INT ^(c)	1,61	24,4	30	13737	23	15	47	--
FBX_1,6_60d	Sin ensayar	1,59	27,5	42	457297	22	7	37	--

^(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm. ^(b)

Media ponderada de los espaciados obtenidos teniendo en cuenta la intensidad relativa de cada uno de ellos.

^(c) SUP (superior), EXT (externa) e INT (interna).

Con respecto a las secciones (superior, media e inferior) consideradas, el volumen accedido de mesoporos es semejantes en todas las muestras, al igual que sus respectivas modas. Las diferencias fundamentales vienen dadas en la macroporosidad en cada una de las secciones de las muestras ensayadas.

Las muestras con una densidad seca comprendida entre 1,41 y 1,48 g/cm³ presentan porcentajes en macroporosidad semejantes. Sin embargo, en la muestra de menor densidad seca analizada (1,34 g/cm³), la macroporosidad es ligeramente inferior en la parte superior, siéndolo también su moda a causa de una ligera compactación en esta zona. En las muestras de mayor densidad (>1,50 g/cm³) sucede lo contrario y aparece una macroporosidad

asociada a las secciones superiores en contacto con el gas. El volumen de estas familias de macroporos es mayor y también sus modas. El ligero secado de la muestra en esta zona puede ser su causa.

La muestra con la **celda ranurada**, en la que se han analizado las secciones externa e interna de la parte superior de la muestra, el porcentaje en microporosidad representa más de la mitad de la porosidad existente en la muestra. En la Figura 5.75f se observa que los porcentajes de la macro, meso y microporosidad son semejantes en ambas secciones, al igual que sus respectivas modas. Por lo que no se observan evidencias de que el gas se transporte a través de la interfase entre la muestra y la pared de la celda durante los ensayos de *breakthrough*.

En general se observa que las muestras ensayadas presentan una disminución en el porcentaje de macroporos que, además, tiende a tener una moda menor (excepto en la de 1,30 g/cm³). Las muestras ensayadas han sido sometidas a periodos de hidratación más largos que las de referencia lo que puede modificar fundamentalmente la distribución de tamaño de poros.

En la Figura 5.76 se representan las secciones superiores de las muestras con semejantes características que las Figura 5.72 y Figura 5.73 (densidad seca y humedad) tras los ensayos de *breakthrough*. Se observa que la familia principal se sitúa en el rango de la observada previamente en la Figura 73, disminuyendo la magnitud de su pico conforme aumenta la densidad seca, como se comentó anteriormente. Sin embargo, no se puede establecer relación alguna para los picos que aparecen en la macroporosidad de mayor tamaño, relacionada con el paso de gas a través de la muestra.

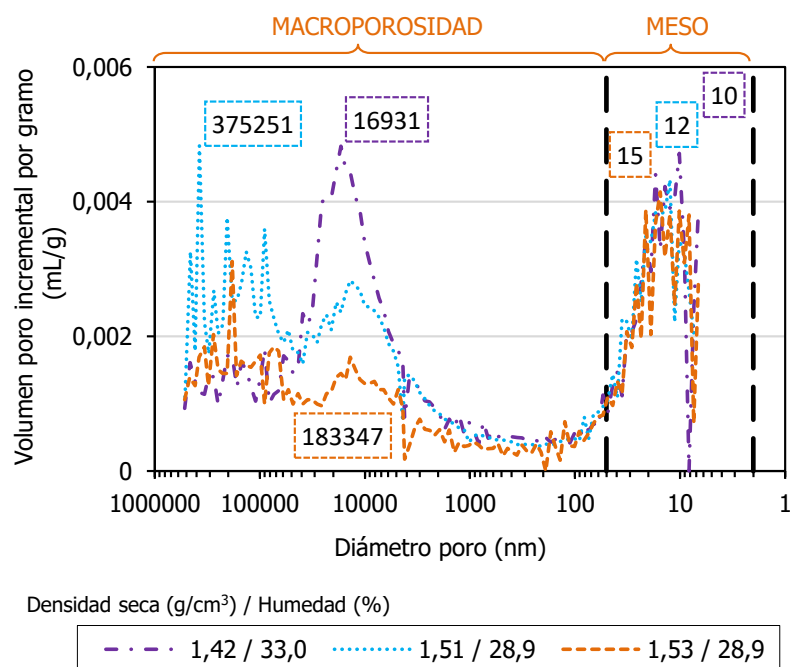


Figura 5.76. Distribución del diámetro de poro de tres muestras de bentonita FEBEX de las secciones superiores saturadas a volumen constante tras los ensayos de *breakthrough*.

En la Figura 5.77 se representan los porcentajes de índices de poros para los rangos de tamaño >50 nm (macroporos) y <50 nm (meso+microporos) en función de la densidad seca.

Estos últimos formarían parte de la microestructura, donde los procesos físico-químicos tienen lugar a escala de partícula, mientras que los de mayor tamaño serían los responsables de los procesos capilares.

Conforme aumenta la densidad seca, aumenta el porcentaje de los poros de tamaños <50 nm y disminuye el porcentaje en macroporos. Ambos rangos parecen aproximarse a partir de densidades secas por debajo del valor más pequeño analizado (1,33 g/cm³).

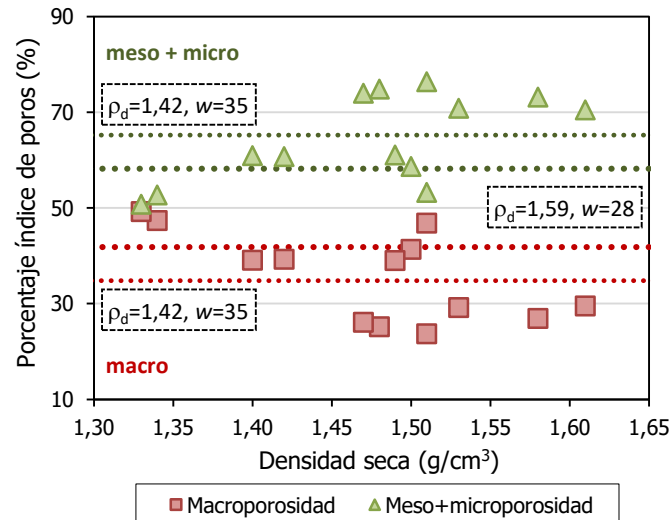


Figura 5.77. Porcentaje de macro y meso+microporos en función de la densidad seca de las muestras de referencia saturadas y, las saturadas ensayadas.

A pesar de que el tanto por ciento de macro y meso+microporosidad aumenta y disminuye, respectivamente conforme aumenta la densidad seca, no ocurre así con el tamaño principal de poro (Figura 5.78). Por lo que debe tratarse de un tipo de poros que no se ven afectados por los cambios de volumen que sufren las partículas de esmectita al hidratarse o deshidratarse, simplemente este tipo de poros cambian su proporción en función de las variaciones del resto de poros presentes.

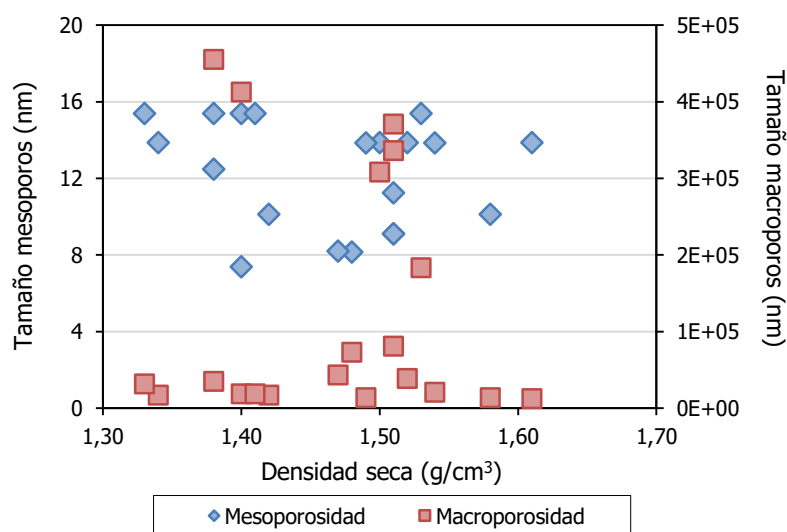


Figura 5.78. Moda del tamaño de poro para las familias de macro y mesoporos en función de la densidad seca de las muestras analizadas.

De los ensayos en los que se ha registrado una entrada de gas previa y, además, se dispone de porosimetría, no se establece una relación entre el porcentaje en macroporosidad total y la fracción de porosidad ocupada por gas antes de que se produzca el episodio de *breakthrough*. Asumiendo que la inyección de gas produce un desplazamiento del agua capilar, al igualar la presión capilar con la presión de *breakthrough*, es posible determinar la porosidad invadida tras establecer un flujo de gas mediante las curvas de volumen acumulado de las porosimetrías. Para convertir las medidas de intrusión del sistema aire-mercurio en la correspondiente intrusión gas-agua, se puede reformular la ecuación de Young-Laplace para diámetros de igual tamaño, resultando:

$$P_c(H_2O) = P_c(Hg) \cdot \frac{\tau_{H_2O}}{\tau_{Hg}} \cdot \frac{\cos \theta_{H_2O}}{\cos \theta_{Hg}} \quad [5.13]$$

donde $P_c(H_2O)$ y $P_c(Hg, \text{porosímetro})$ son las presiones capilares del agua y del mercurio, τ_{H_2O} (0,0728 N/m) y τ_{Hg} (0,480 N/m) las tensiones superficiales del agua y mercurio a 25°C y, $\theta_{H_2O}=1^\circ$ y $\theta_{Hg}=139^\circ$, los ángulos de contacto entre la interfase agua-gas y mercurio-gas, respectivamente (el valor de tensión superficial del mercurio se toma de la literatura existente, por ejemplo, Hildenbrand y Urai, 2003).

A partir de la ecuación [5.13] es posible obtener la presión capilar del agua que se hace corresponder con la presión de *breakthrough* (Figura 5.79, línea vertical doble) para obtener de esa manera el volumen teórico de poro acumulado intruído por el gas para el valor de presión de *breakthrough* (Figura 5.79, líneas horizontales). Estos valores equivaldrían a índices de poro que, transformados en porosidades, dan un rango entre 0,2 y 0,3.

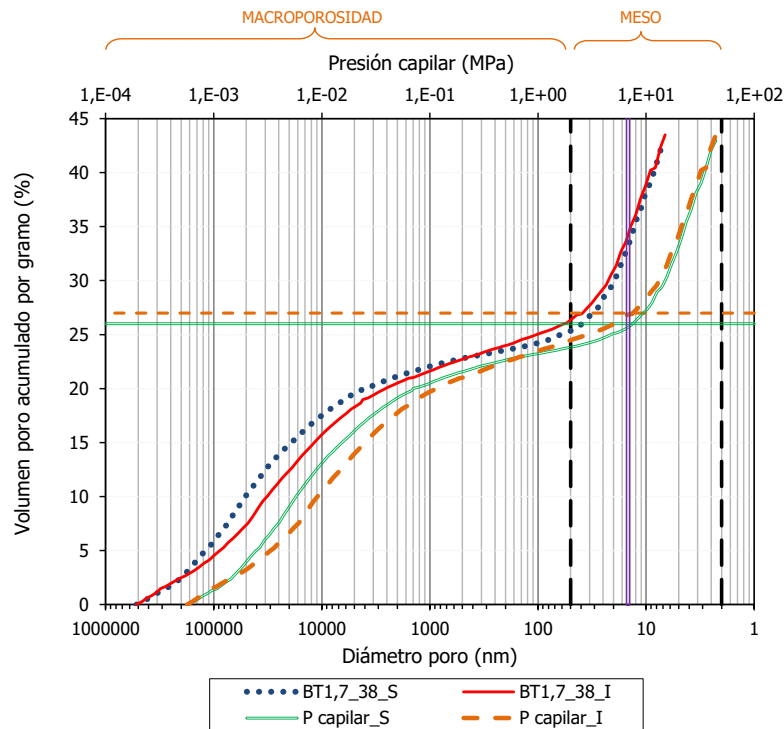


Figura 5.79. Volumen de poro acumulado frente al diámetro de poro invadido y su presión capilar correspondiente para uno de los ensayos (BT1,7_38) en los que se ha realizado porosimetría.

En la Tabla 5.17 se comparan las diferentes porosidades: la porosidad total de la muestra (n_{total}), la porosidad ocupada por gas (n_{entrada} previa gas (n_{gas})) y la fracción de esta porosidad ocupada por gas hasta producirse el *breakthrough* (n_{entrada} previa gas (n_{gas}/n)) y, la porosidad teóricamente invadida por gas a la presión de *breakthrough* (n_{invadida} flujo gas). La fracción de porosidad realmente utilizada por el gas presenta valores entre 4,3 y 0,5 %.

Tabla 5.17. Diferentes tipos de porosidad y diámetros de poro obtenidos a partir las porosimetrías.

Referencia	ρ_d final ^{a,b} (g/cm ³)	Fase / Nº episodio	P BT (MPa)	n_{total} final ^b (%)	Nentrada previa gas (%)		n_{invadida} flujo gas ^a (%)	Diámetro poro (nm) ^a
					n_{gas}	n_{gas}/n		
BT1,3_38	1,41	2 / 1	2,6	48	0,59	1,24	26	112
		4 / 1	2,7		0,59	1,25		
BT1,3_50	1,34	2 / 1	1,5	51	0,23	0,46	30	189
		4 / 1	1,6		0,39	0,78		
BT1,6_50	1,50	2 / 1	8,2	45	1,17	2,72	27	36
		4 / 1	8,0		1,94	4,29		
BT1,7_38	1,48	4 / 2	6,8	45	0,75	1,74	20	44
BT1,8_38	1,52	2 / 1	8,6	44	1,12	3,16	21	32
		2 / 2	8,0		1,13	2,62		
		4 / 1	7,2		0,35	0,83		

(a) Promedio de las secciones realizadas. (b) Densidad seca y porosidad final de la muestra tras el desmontaje.

En la Figura 5.80 quedan representadas las porosidades: (1) total, (2) ocupada por gas hasta producirse el *breakthrough* y, (3) teórica invadida por gas a la presión de *breakthrough*. Se observa que la porosidad ocupada por gas previa al episodio de *breakthrough* es muy pequeña, <5 %, en comparación con la porosidad que teóricamente necesita el gas para traspasar la muestra; siendo esta última aproximadamente la mitad de la porosidad total de la muestra. A su vez, la porosidad previa invadida es menor en muestras por debajo de <1,48 g/cm³ (Figura 5.80), lo que indicaría una mayor facilidad del gas para atravesar las muestras de menor densidad (y presión de hinchamiento).

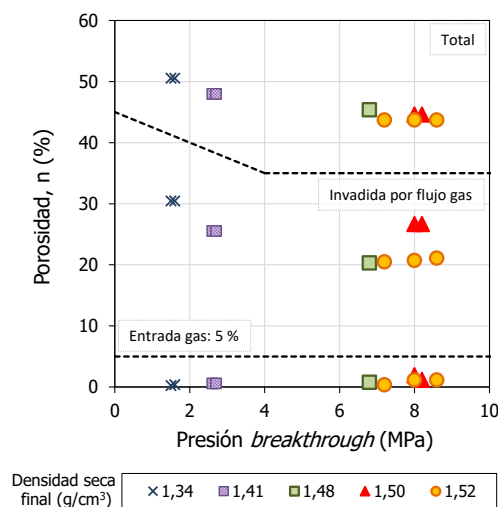


Figura 5.80. Porosidad total, ocupada previamente e invadida por el flujo de gas frente a la presión de *breakthrough* en función de la densidad seca final (g/cm³) de muestras con porosimetría.

El diámetro menor de poro invadido durante el *breakthrough* es mucho mayor en las muestras de menor densidad y disminuye conforme la densidad seca se hace mayor (Figura 5.81). Como se ha comentado previamente, las porosimetrías no son capaces de diferenciar entre poros y fracturas, por lo que los poros de mayor tamaño podrían corresponderse con algún tipo de micro-fracturas que permitirían un paso de gas de tipo diferente y casi instantáneo.

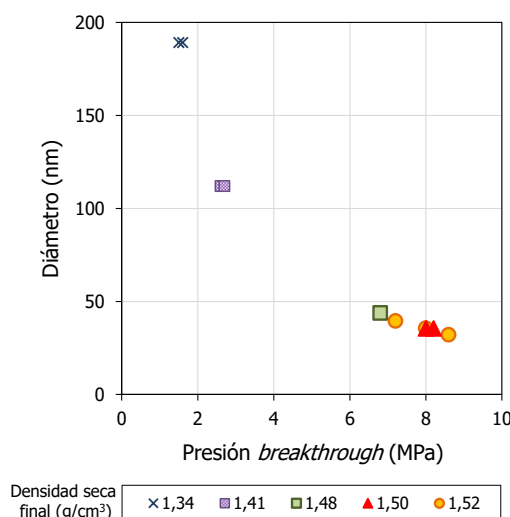


Figura 5.81. Diámetro de poro frente a la presión de breakthrough en función de la densidad seca final (g/cm^3) de las muestras en las que se ha realizado porosimetría.

En las muestras en las que se observa claramente una nueva familia de macroporos (Fase 4, muestras BT1,6_50 y BT1,8_38, Figura 5.75c,e), se ha calculado el volumen teórico de poro acumulado intruído por el gas para dicha familia, suponiendo que ese volumen se corresponde con el de la trayectoria a través de la muestra. Como ejemplo se indica el caso de la muestra BT1,6_50_S (sección superior), donde se han determinado los volúmenes acumulados para los diámetros, mayor y menor, de la familia considerada (Figura 5.82). El valor del diámetro mayor en las tres submuestras (superior, media e inferior), equivale a un valor de porosidad invadida comparable con el valor obtenido a partir de las pérdidas de presión de inyección previas al *breakthrough* (n_{gas} , Tabla 5.17).

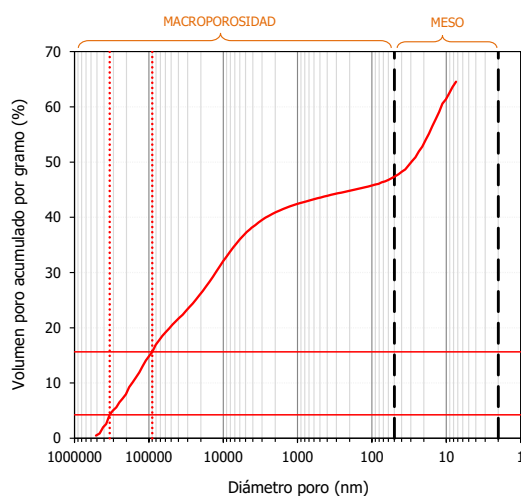


Figura 5.82. Volumen de poro acumulado frente al diámetro de poro invadido de la muestra BT1,6_50_S.

En la Tabla 5.18, se recogen los valores de los diámetros de poros (nm) de las nuevas familias de macroporos (correspondientes a las submuestras de los ensayos BT1,6_50 y BT1,8_38) y, el volumen de porosidad equivalente ocupado por el gas (%). Además, se incluyen los valores de porosidad previa ocupada por gas obtenidas antes de los episodios de *breakthrough* (n_{gas} , %).

Tabla 5.18. Valores de los diámetros de poro de las nuevas familias de macroporos y el volumen de porosidad equivalente ocupado por el gas (comparada con los valores n_{gas}).

Referencia	Sección	Diámetro (nm)		Volumen de porosidad (%)		n_{entrada} previa gas ^a n_{gas} (%)
		Menor	Mayor	Menor	Mayor	
BT1,6_50	Superior	89772	375251	10,98	2,00	1,17-1,94
	Media	73036	333180	12,40	3,92	
		89765	305151	9,09	3,05	
BT1,8_38	Superior	65977	377399	8,00	0,99	1,12-0,35
	Inferior	11127	373947	10,07	0,60	

(a) Rango de valores obtenidos entre los episodios de *breakthrough* de las Fases 2 y 4.

5.2.9.3. Difracción de rayos X

Las heterogeneidades estructurales de este tipo de materiales producen la coexistencia de diferentes estadios de hidratación, como se demuestra en la mayoría de las muestras analizadas (Tabla 5.16). La Figura 5.83 compara los espaciados obtenidos, correspondientes a la reflexión $d(001)$. Los valores de espaciado de las muestras saturadas indican la existencia de al menos dos capas de agua en la interlámina y, por lo tanto, se trata de agua ligada sin movilidad que no afecta al transporte de gas.

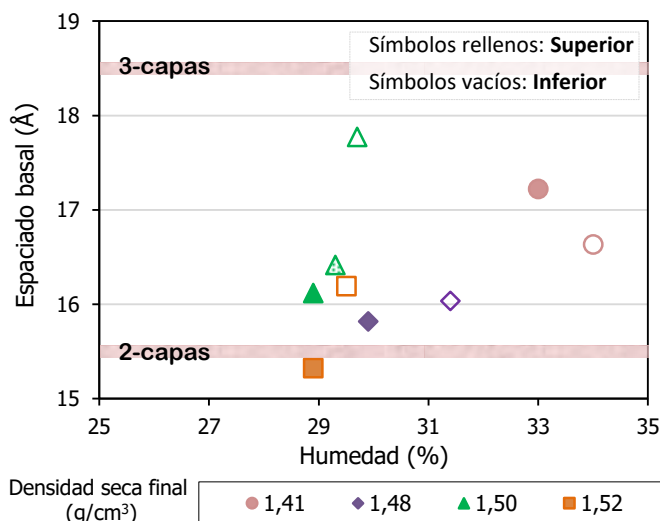


Figura 5.83. Espaciado basal frente a la humedad de las muestras de bentonita FEBEX tras finalizar los ensayos de *breakthrough*.

Hay una relación clara entre la humedad y el espaciado basal, aumentando éste con la humedad. Así, para cada muestra, el espaciado basal medido en la parte superior por la que se inyecta el gas es menor que el medido en la parte inferior, cuya humedad es siempre mayor, como ya se discutió en el apartado 5.2.9.1. Esto indicaría que la inyección de gas provoca un desplazamiento de agua hacia la parte inferior de las muestras que afectaría

incluso a la interlámina. El efecto probablemente se produzca de manera indirecta, como consecuencia del aumento de succión que implica la disminución de humedad, y que haría salir del agua de la interlámina hacia los poros de mayor tamaño, de donde finalmente podría ser evacuada por la presión de gas. Sin embargo, la relación del espaciado basal con la densidad seca no es tan clara. Para igual humedad, hay un ensayo de menor densidad seca ($1,48 \text{ g/cm}^3$) que presenta un espaciado basal menor a los de mayor densidad seca ($1,50$ y $1,52 \text{ g/cm}^3$). Por el contrario, el ensayo con densidad seca de $1,50 \text{ g/cm}^3$ presenta un espaciado basal superior a los dos anteriores.

El ensayo de mayor humedad y menor densidad seca ($1,41 \text{ g/cm}^3$) parece que presenta un espaciado basal relativamente bajo. Una posible explicación es que parte del agua podría encontrarse rellenando la porosidad en lugar de ocupar la interlámina (Villar *et al.*, 2012f).

5.3. Influencia de la presencia de interfases en la permeabilidad

Las muestras con interfases se prepararon con la intención de simular las juntas existentes entre los diversos materiales que conforman el sistema de barreras de ingeniería, en concreto, entre los bloques de bentonita y entre la bentonita y granito. Estas interfaces podrían actuar como camino preferente de paso de gas una vez saturada la barrera.

5.3.1. Bentonita/bentonita

Las interfases bentonita/bentonita FEBEX pretenden simular las juntas existentes entre los bloques de bentonita que podrían actuar como camino preferente de paso de gas. En principio, una vez saturada la barrera de bentonita, las interfases entre bloques deberían quedar perfectamente selladas. Se ha comprobado que no suponen vías preferentes al paso de agua, pero existen dudas sobre si esas juntas constituyen paso preferente de paso de gas, incluso una vez saturadas.

Para su preparación, tras el proceso de compactación, se extrae la muestra compactada de la celda, se corta longitudinalmente y se vuelven a introducir ambas secciones en el interior de la celda. Durante el proceso de corte es inevitable la pérdida de cierta cantidad de muestra, y por ello, las muestras presentan valores de densidad seca más bajas que sus valores de compactación. Además, la superficie de contacto inicial entre ambas secciones es muy irregular (Figura 5.84) a diferencia de los bloques diseñados para la barrera que presentan superficies lisas. Esto supone una configuración de ensayo conservadora en el sentido de que la apertura inicial de la junta es superior al caso real, aunque más rugosa.

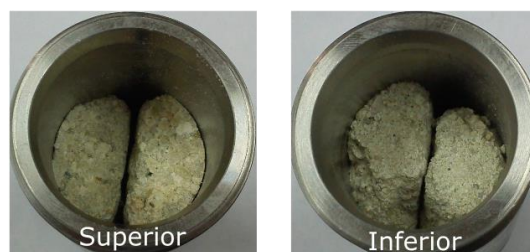


Figura 5.84. Visión de la superficie de contacto entre ambas secciones.

Este conjunto de muestras se ensayaron de igual manera que las muestras sin interfase (apartado 4.2.3). A continuación, se incluyen los resultados obtenidos en cada una de las **4 fases** de las que se compone el **ensayo de *breakthrough*** para las cinco muestras analizadas (apartado 5.2).

Tras el primer ensayo de saturación, las partículas de arcilla se expanden sellando, entre otros, la superficie irregular entre ambas secciones como puede observarse en la Figura 5.85. En todos los casos, tras la saturación de la muestra no fue posible distinguir visualmente la interfase.

Tras corte de las dos secciones



Tras primer ensayo de saturación (Fase 1)



Figura 5.85. Vista de la muestra JB1,6_38 tras introducir las dos secciones cortadas en el interior de la celda de la etapa de montaje (imágenes superiores) y aspecto de ambos extremos tras el primer ensayo de saturación (imágenes inferiores).

En la Tabla 5.19 vienen reflejadas las principales características antes y después del primer ensayo de saturación (Fase 1).

Tabla 5.19. Características de las muestras con interfase antes y después del primer ensayo de saturación (Fase 1).

Ensayo	ϕ (cm)	Valores iniciales tras corte de la probeta				Tiempo saturación (días)	Presión saturación (MPa)	Tras finalizar Fase 1		
		h inicial (cm)	ρ_d inicial (g/cm ³)	w inicial (%)	S_r inicial (%)			ρ_d saturada (g/cm ³)	w saturada (%)	S_r saturada (%)
JB1,6_38	3,8	5,00 ^a	1,24 ^b	15,1	34 ^b	197	0,2	1,39	38,6	110
JB1,7_38	3,8	5,00 ^a	1,49 ^b	13,7	45 ^b	167	0,2-0,8	--	35,8	--
JB1,8_38	3,8	5,00 ^a	1,67 ^b	14,7	65 ^b	228	0,6-0,8	--	29,4	--
JB1,8_50	5,0	4,96	1,69	13,9	63	332	0,6	1,66	25,5	110
JB1,9_38	3,8	5,28	1,65	13,9	59	826	0,2-0,6	1,60	26,5	103

(a) Valor nominal. (b) Valores calculados a partir de la altura nominal (5,0 cm) por falta de valores comprobados.

Como sucedía en las muestras sin interfase, las densidades secas suelen disminuir tras el ensayo de saturación ya que son los filtros de geotextil los que permiten una ligera expansión de la muestra.

5.3. Influencia de la presencia de interfases en la permeabilidad

La Tabla 5.20 recoge los parámetros analizados en la Fase 2.

Tabla 5.20. Parámetros analizados en las muestras sin interfase durante la Fase 2.

Ensayo ^e	Nº BT	t PreBT ^b (h)	n _{gas} /n (%)	P BT (kPa)	t PostBT ^c (h)	P resi (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^d (m ²)	Tras finalizar Fase 2		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
JB1,6_38	1	202	--	1600	1205	600	2,0·10 ⁻²¹	1,38	38,2	108
	2	119	--	1200	1537	600	2,5·10 ⁻²¹			
JB1,7_38 ^a	1	117	2,12	2700	336	500	5,0·10 ⁻²¹	1,39	34,9	100
	2	647	--	1400	1056	1300	6,2·10 ⁻²²			
JB1,8_38	1	1539	2,73	8100	284	4700	3,5·10 ⁻²²	1,52	29,2	101
	2	197	--	6100	552	4400	1,5·10 ⁻²²			
JB1,8_50	1	1920	5,10	10300	1076	2500	7,2·10 ⁻²³	1,62	24,6	99
	2	1382	1,31	9200	--	4400	6,5·10 ⁻²³			
JB1,9_38	1	1826	--	10000	10	4800	1,7·10 ⁻²³	1,58	26,1	100
	2	711	--	9000	24	6500	1,7·10 ⁻²³			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (<1 h corresponde a episodio instantáneo). (d) Mínimo valor.

En la Tabla 5.21 vienen reflejadas las principales características antes y después del segundo ensayo de saturación (Fase 3).

Tabla 5.21. Características de las muestras con interfase antes y después del segundo ensayo de saturación (Fase 3).

Ensayo	φ (cm)	Tras finalizar Fase 2				Tiempo saturación (días)	Presión saturación (MPa)	Tras finalizar Fase 3		
		h	ρ _d	w	S _r			ρ _d	w	S _r
		Fase 2 (cm)	Fase 2 (g/cm ³)	Fase 2 (%)	Fase 2 (%)			resaturada (g/cm ³)	resaturada (%)	resaturada (%)
JB1,6_38	3,8	4,47	1,38	38,2	108	639	1,0	1,40	37,1	108
JB1,7_38	3,8	5,35	1,39	34,9	100	168	0,4-0,6	1,41	36,5	108
JB1,8_38	3,8	5,52	1,52	29,2	101	203	0,4-0,6	1,54	29,5	106
JB1,8_50	5,0	5,20	1,62	24,6	99	274	1,0	1,59	27,3	105
JB1,9_38	3,8	5,52	1,58	26,1	100	184	0,4-2,3	1,60	26,8	105

Las variaciones en la densidad seca antes y después de la resaturación no son tan pronunciadas como en la primera saturación.

La Tabla 5.22 recoge los parámetros analizados en la Fase 4.

Tabla 5.22. Parámetros analizados en las muestras sin interfase durante la Fase 4.

Ensayo	Nº BT	t PreBT ^a (h)	n _{gas} /n (%)	P BT (kPa)	t PostBT ^b (h)	P resi (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^c (m ²)	Tras finalizar Fase 4		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
JB1,6_38	1	264	--	2000	<1	800	--	1,39	34,8	100
	2	72	--	1600	100	100	2,8·10 ⁻²⁰			
JB1,7_38	1	481	6,68	2800	1845	1000	9,0·10 ⁻²⁰	1,42	34,6	103
	2	187	--	2000	479	1200	1,7·10 ⁻²¹			
JB1,8_38	1	1522	--	7800	<1	5200	--	1,55	29,2	106
	2	366	--	7400	<1	5100	--			
JB1,8_50	1	1299	3,00	7800	180	4800	1,3·10 ⁻²²	1,55	27,0	99
	2	388	0,53	6800	312	5200	2,8·10 ⁻²³			

(^a) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). (^b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (<1 h corresponde a episodio instantáneo). (^c) Mínimo valor.

En la Figura 5.86 se observa la evolución en el aspecto de las partes superior e inferior desde el inicio hasta el desmontaje de una de las muestras. Se puede apreciar como la junta va desapareciendo conforme la muestra se ve sometida a los ensayos de saturación, volviéndose prácticamente irreconocible en el estado final. En la Figura 5.87 puede verse la superficie lateral de la probeta prácticamente homogénea tras la saturación.

Tras el corte de las dos secciones



Tras primer ensayo saturación (Fase 1)



Etapas final: desmontaje

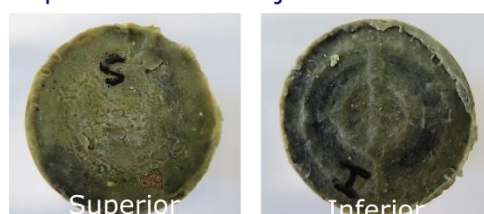


Figura 5.86. Vista de la muestra JB1,9_38 tras introducir las dos secciones cortadas en el interior de la celda (imágenes superiores), aspecto de ambos extremos tras el primer ensayo de saturación (imágenes centrales) y tras extraerlas de la celda de acero (imágenes inferiores).

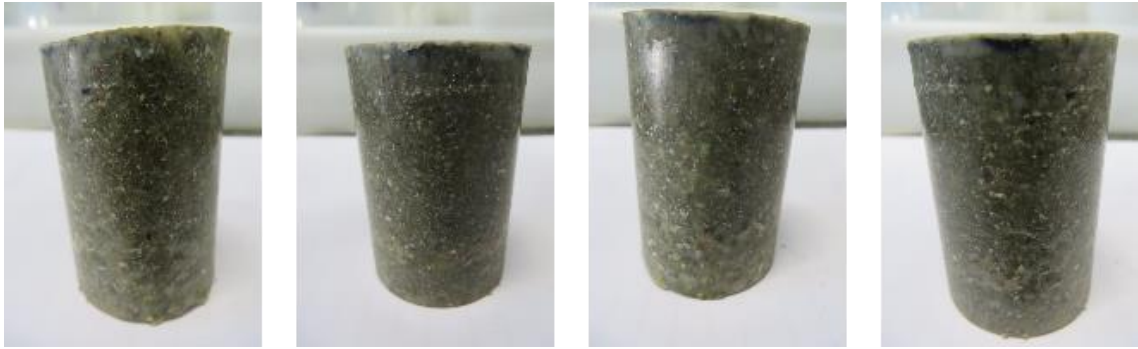


Figura 5.87. Vista lateral de la muestra JBI,9_38 tras su extracción de la celda de acero al final del ensayo.

Los detalles experimentales de cada uno de los ensayos y sus resultados se incluyen en el Anexo V.

Las presiones de *breakthrough* halladas en las muestras con junta son semejantes a las presiones obtenidas en las muestras de igual densidad seca sin junta. Además, siguen la tendencia general del resto de ensayos sin junta analizados en el apartado 5.2.3 (Figura 5.88), por lo que la interfase entre los bloques de bentonita no se considera un camino preferente de paso de gas.

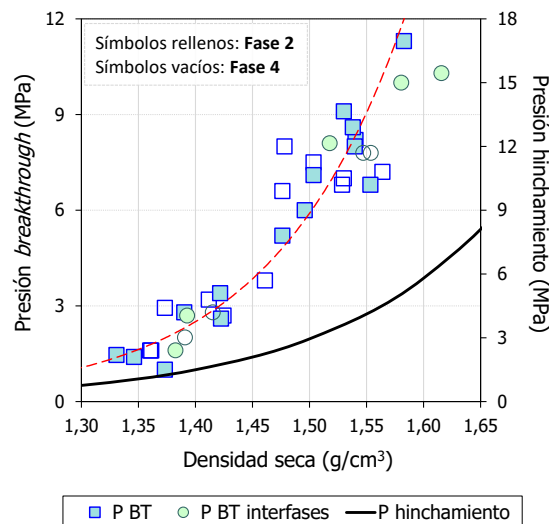


Figura 5.88. Presión de los primeros episodios de *breakthrough* de las Fases 2 y 4 frente a la densidad seca posterior a dichas fases del conjunto de ensayos con y sin interfase. La línea continua muestra la presión de hinchamiento de la bentonita para esas mismas densidades.

Al igual que se veía en las muestras sin junta (apartado 5.2.4), las muestras con junta de mayor densidad seca presentan presiones de *breakthrough* y residuales más elevadas (Figura 5.89). Además, las presiones residuales aumentan conforme van sucediendo los episodios en una fase y van asociados a una disminución en la presión de *breakthrough*. Como ya se indicó, el aumento de la presión residual es debido a una debilitación de la muestra debida al desequilibrio mecánico en su interior, sin descartar la presencia de gas residual en su interior que facilite la conectividad de la fase gaseosa.

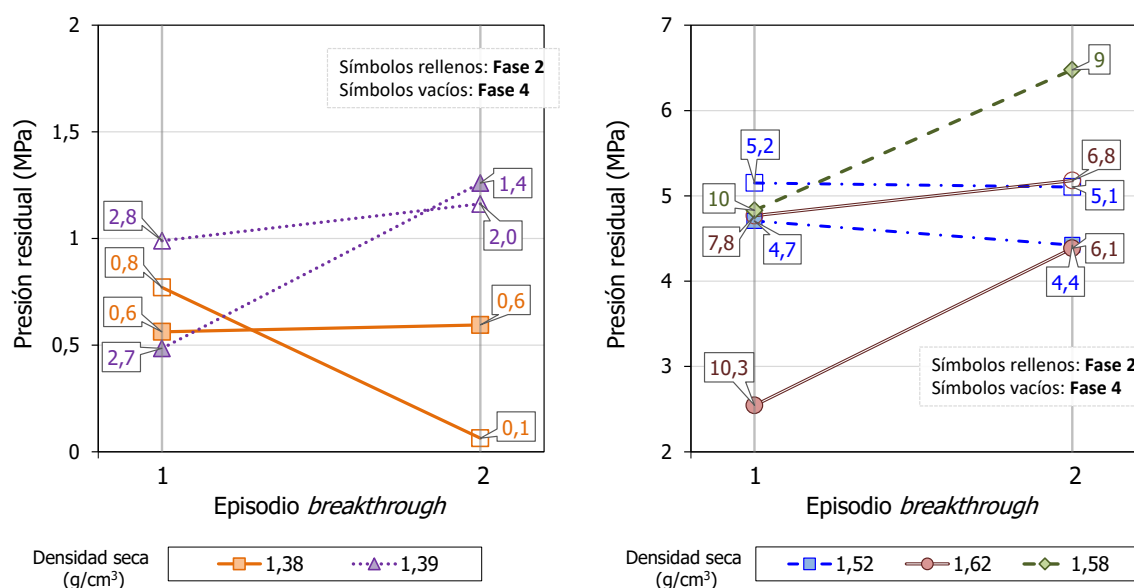


Figura 5.89. Presión residual frente al número de episodios de las Fases 2 y 4 de los ensayos con junta. En la leyenda se muestra la densidad seca posterior a la Fase 2 (g/cm^3). Las etiquetas muestran la presión de breakthrough (MPa).

En cuanto a la evolución de los episodios de *breakthrough* en una misma fase y la relación de presiones de *breakthrough* entre ambas fases de las muestras con junta presentan patrones semejantes a los descritos para las muestras sin junta en el apartado 5.2.5. Las presiones de *breakthrough* de los primeros episodios son, en su mayoría, superiores a las presiones de los segundos, sobre todo si los primeros han sido graduales (Figura 5.90). Como ya se ha comentado en el apartado 5.2.5, dicha disminución en la resistencia al paso de gas, puede ser causa de una desaturación parcial de la muestra y/o al incompleto resellado de las trayectorias previamente abiertas.

Al igual que sucedía con las muestras sin junta, si el primer episodio es instantáneo, la presión de *breakthrough* del siguiente es más próxima al primero (JB1,8_38, Fase 4) dado que las características iniciales de las muestras no se ven afectadas tras el transporte inicial de gas.

Aun así, independientemente del tipo de episodio sucedido, las muestras con junta presentan una elevada capacidad de sellado tras el flujo de gas, pues las presiones de los segundos episodios son semejantes a las anteriores.

Al comparar las presiones de *breakthrough*, tras la resaturación, correspondientes a los primeros episodios de las Fases 2 y 4, se registran los tres casos descritos en las muestras sin junta: (1) iguales (JB1,7_38), (2) la presión de *breakthrough* del primer episodio de la Fase 2 es ligeramente superior a su correspondiente en la Fase 4 (JB1,8_38) y, (3) la presión de *breakthrough* del primer episodio de la Fase 2 es ligeramente inferior a su correspondiente en la Fase 4 (JB1,6_38, Figura 5.90). Al igual que sucedía en las muestras sin junta, el caso (3) se da en una de las muestras que presenta una densidad seca $<1,44 \text{ g/cm}^3$ y que, como se verá a continuación, experimenta una reducción leve en su altura y, por tanto, un ligero aumento en su densidad seca entre las Fase 2 y 4.

Independientemente de la relación de presiones entre las Fases 2 y 4, las muestras con junta recuperan sus características iniciales durante el proceso de resaturación mostrando la

capacidad de sellado que presenta la bentonita a pesar de la existencia de una interfase entre ella.

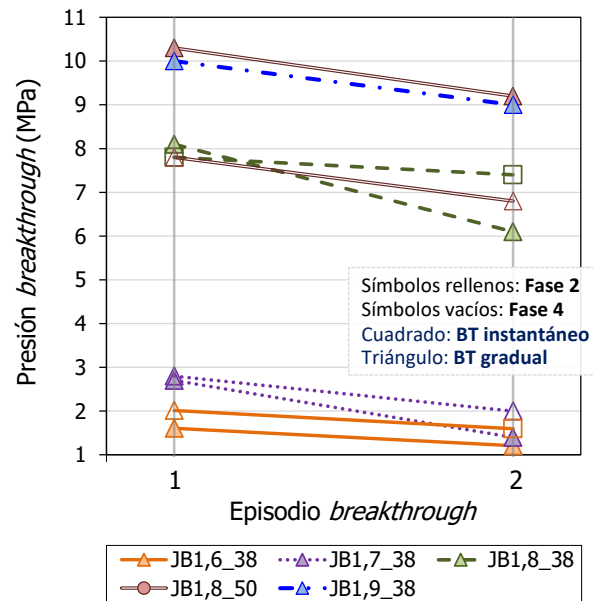


Figura 5.90. Presión de breakthrough frente al número de episodios (instantáneos o graduales) durante las Fases 2 y 4 de los ensayos con junta.

Tras algunas de las fases de saturación, en varios ensayos con y sin junta se midieron permeabilidades al agua aplicando una carga hidráulica entre ambos extremos de la celda para determinar su comportamiento (Tabla 5.23). La determinación se realiza para varios gradientes con cada una de las muestras, sin que esto suponga variaciones significativas en el valor de permeabilidad al agua obtenido, lo que confirma la aplicabilidad de la ley de Darcy. El gradiente hidráulico, supuesto lineal, es la relación entre la carga hidráulica y la longitud de la probeta. Dichos ensayos están realizados a temperatura ambiente.

Tabla 5.23. Resultados de los ensayos de permeabilidad al agua en muestras con y sin junta.

Ensayo	Carga hidráulica (kPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s)	k_{iw} (m ²)	Temperatura (°C)
JB1,6_38	400-800	900-1800	$1,70 \cdot 10^{-13}$	$1,73 \cdot 10^{-20}$	23
JB1,8_50	300-400	600-800	$5,36 \cdot 10^{-14}$	$5,46 \cdot 10^{-21}$	22
JB1,9_38	1400	2632	$1,82 \cdot 10^{-14}$	$1,85 \cdot 10^{-21}$	24
	1800	3295	$2,09 \cdot 10^{-14}$	$2,13 \cdot 10^{-21}$	21
BT15_38_h2	550-1400	2900-7300	$8,45 \cdot 10^{-14}$	$8,62 \cdot 10^{-21}$	23
BT1,7_50	1900	3525	$6,82 \cdot 10^{-14}$	$6,96 \cdot 10^{-21}$	22
BT1,8_50_h2	1600	7000	$8,78 \cdot 10^{-14}$	$8,95 \cdot 10^{-21}$	23

La conductividad hidráulica saturada con agua desionizada (k_w , m/s) de muestras no tratadas de bentonita FEBEX compactada a diferentes densidades secas se encuentra exponencialmente relacionada con la densidad seca (ρ_d , g/cm³). A partir de numerosas determinaciones realizadas en muestras de bentonita FEBEX compactadas a diferentes densidades, y saturadas con agua desionizada, pudieron establecerse las distintas relaciones empíricas entre la densidad seca y la permeabilidad al agua a temperatura ambiente (Villar,

2000). Puede distinguirse entre dos ajustes diferentes dependiendo del intervalo de densidad:

1. Para densidades menores de 1,47 g/cm³:

$$\log k_w = -6,0045 \cdot \rho_d - 4,091 \quad [5.14]$$

2. Para densidades mayores de 1,47 g/cm³:

$$\log k_w = -2,9586 \cdot \rho_d - 8,5751 \quad [5.15]$$

La desviación respecto a estos ajustes es de $\pm 30\%$ (Villar, 2000).

Como es de esperar, la conductividad hidráulica disminuye conforme la densidad seca de las muestras disminuye independientemente de si la muestra es con o sin junta (Figura 5.91). Además, las conductividades hidráulicas obtenidas en las muestras con junta son parecidas a las esperadas para muestras sin junta de igual densidad seca [ecuaciones [5.14] y [5.15]. Solo una de las muestras de densidad seca de 1,40 g/cm³ se aleja de la conductividad hidráulica calculada experimentalmente y su correspondiente al ajuste, siendo más impermeable de lo esperado.

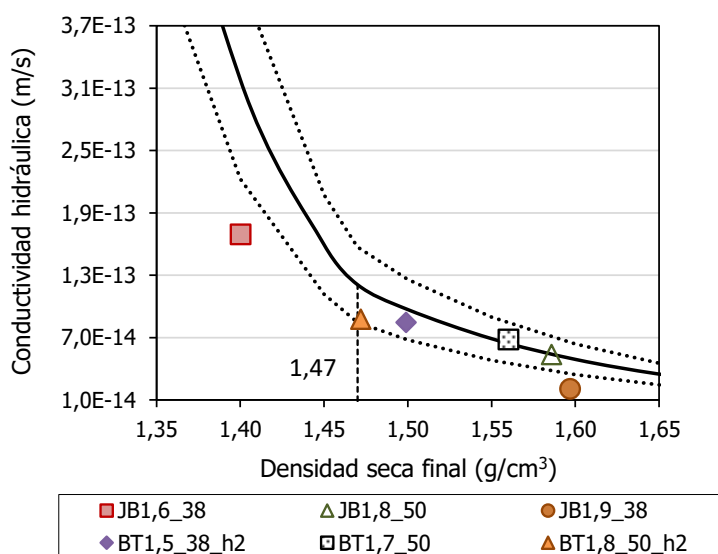


Figura 5.91. Conductividad hidráulica en función de la densidad seca al finalizar el correspondiente ensayo. La línea continua muestra la conductividad hidráulica obtenida mediante el ajuste empírico y su desviación.

En la Figura 5.92 quedan representadas las permeabilidades efectivas (obtenidas con gas) e intrínsecas (obtenidas con agua) frente a la densidad seca al finalizar su correspondiente ensayo. No son estrictamente comparables comparar ambos tipos de permeabilidades, porque en la permeabilidad intrínseca el flujo de agua tiene lugar a través de toda la sección y, en muestras completamente saturadas, el flujo de gas (permeabilidad al gas) se supone que tiene lugar a través de caminos discretos y no hay seguridad de que el flujo sea bifásico.

Aun así, en un intento de comparación, las permeabilidades intrínsecas obtenidas con agua como fluido permeante son superiores a sus correspondientes permeabilidades efectivas obtenidas con gas, lo que indicaría que el transporte de gas en muestras completamente saturadas tiene lugar a través de una sección de menor superficie.

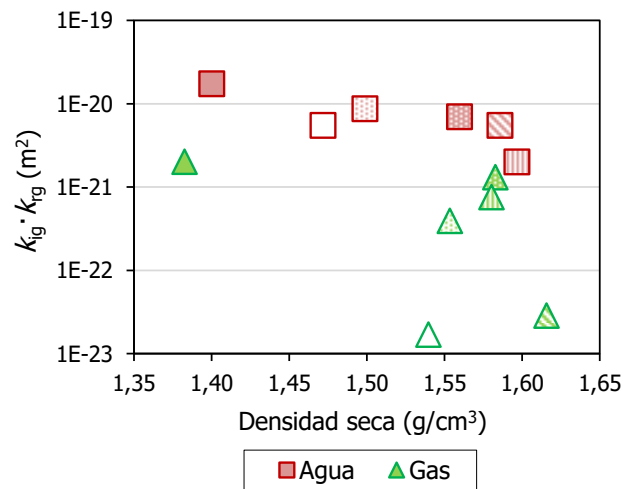


Figura 5.92. Permeabilidad (m^2) obtenida mediante agua y gas frente a la densidad seca al finalizar el correspondiente ensayo.

Al igual que sucedía en las muestras sin junta, en los ensayos con interfase también se observan cambios en la altura y, por tanto, en la densidad seca de una fase a otra del ensayo (Tabla 5.24). En este caso todas las muestras fueron preparadas con alturas de 5,0 cm. En la Figura 5.93 quedan representados los ensayos realizados con junta a través de los cuales también puede trazarse la línea imaginaria perpendicular a las densidades secas de 1,44 y 1,54 g/cm³ para separar los dos tipos de comportamiento descritos previamente en las muestras sin junta (apartado 5.2.8.1). Los dos ensayos de mayor densidad seca inicial (JB1,8_50 y JB1,9_38) experimentan un aumento en la altura que se traduce en una disminución de la densidad seca. El resto de las muestras mantienen ambas variables semejantes desde el principio hasta el final del ensayo.

Tabla 5.24. Evolución de la altura y la densidad seca (calculada a partir de las alturas) de las muestras con interfase desde su fabricación (Inicial) y al finalizar cada una de las Fases (F 1, 2, 3 y 4).

Ensayo	h (cm)					ρ_d (g/cm³)				
	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4
JB1,6_38	--	4,45	4,47	4,41	4,44	--	1,39	1,38	1,40	1,39
JB1,7_38	--	--	5,35	5,27	5,26	--	--	1,39	1,41	1,42
JB1,8_38	--	--	5,52	5,44	5,41	--	--	1,52	1,54	1,55
JB1,8_50	4,96	5,06	5,20	5,30	5,41	1,69	1,66	1,62	1,59	1,55
JB1,9_38	5,28	5,47	5,52	5,46	--	1,65	1,60	1,58	1,60	--

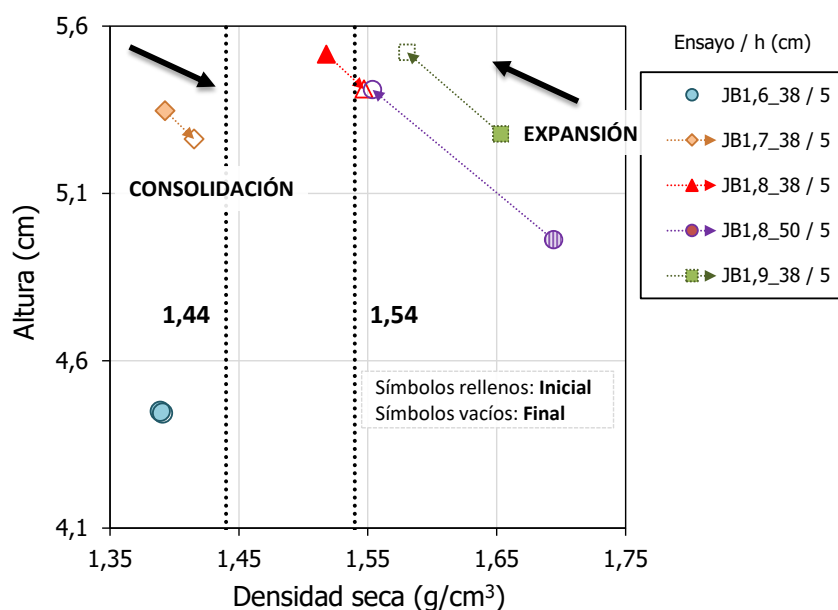


Figura 5.93. Altura inicial disponible y tras finalizar los ensayos de breakthrough (Fase 4) de las muestras con junta frente a su densidad seca correspondiente. Por falta de Fase 4 en el ensayo JB1,9_38 se representa la altura medida tras la Fase 2.

Al analizar los cambios de humedad y grado de saturación durante el conjunto de fases que comprende el ensayo de *breakthrough*, las muestras con junta presentan un comportamiento semejante al descrito para las muestras sin junta en el apartado 5.2.8.2 (Tabla 5.25). Tiene lugar un ligero descenso en la humedad promedio de $0,8 \pm 0,7$ % tras el ensayo de *breakthrough* que se recupera tras el ensayo de saturación. Con respecto al grado de saturación, se observan oscilaciones de una fase a otra, disminuyendo tras los ensayos de *breakthrough* y aumentado, siempre por encima del 100 % (calculado considerando $\rho_w = 1 \text{ g/cm}^3$), tras los ensayos de saturación, por lo que las muestras se encuentran completamente saturadas antes de los ensayos de *breakthrough* (Figura 5.94) y en la mayoría de los casos después de él.

Tabla 5.25. Evolución de la humedad y el grado de saturación de las muestras con interfase desde su fabricación (Inicial) y al finalizar cada una de las Fases (F 1, 2, 3 y 4).

Ensayo	w (%)					S _r (%)				
	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4	Inicial	F 1	F 2	F 3	F 4
JB1,6_38	15,1	38,6	38,2	37,1	34,8	--	110	108	108	100
JB1,7_38	13,7	35,8	34,9	36,5	34,6	--	--	100	108	103
JB1,8_38	14,7	29,4	29,2	29,5	29,2	--	--	101	106	106
JB1,8_50	13,9	25,5	24,6	27,3	27,0	63	110	99	105	99
JB1,9_38	13,9	26,5	26,1	26,8	--	59	103	100	105	--

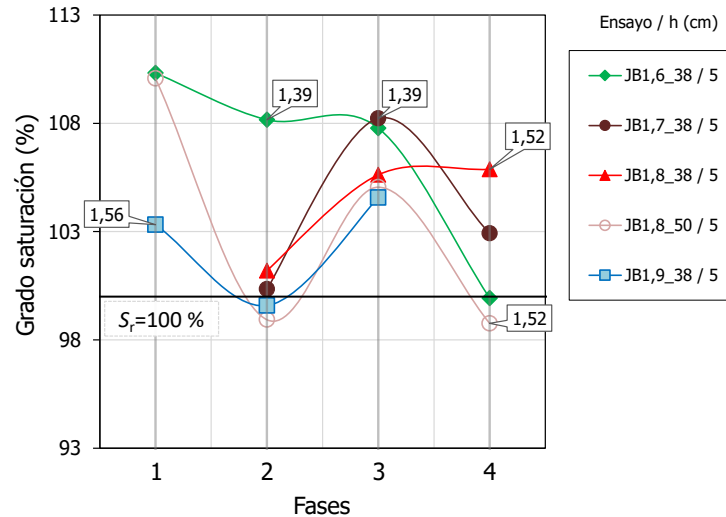


Figura 5.94. Grado de saturación tras finalizar cada una de las fases de los ensayos con junta. Las etiquetas muestran la densidad seca final (g/cm^3).

Tras el desmontaje, en las muestras con junta, además de comprobar la humedad en la parte superior e inferior, también se analizaron la humedad y densidad seca de las zonas externa e interna de la probeta, es decir, de la zona afectada por la junta (interna) y de la más próxima a la pared de la celda (externa), con la intención de comprobar si la zona de la junta tiene menor densidad. Las humedades presentan desviaciones estándar (calculadas a partir de tres secciones diferentes de cada muestra) comprendidas entre 0,2% (sin modificación en la práctica) y 1,2 % (con una variación importante). En cuanto a la densidad seca y humedad de la parte externa e interna analizadas en tres de los ensayos con junta, las variaciones no son significativas (Figura 5.95). El ensayo JB1,6_38 registra unos cambios de humedad y densidad seca más grandes, probablemente debido a la mayor expansión de la bentonita en esta zona al saturar, ya que el volumen de hueco inicial era más grande (comparar visualmente estado inicial Figura 5.85 y Figura 5.86).

Sin embargo, esta diferencia de densidad a través de la sección transversal de la probeta no se traduce en un aumento significativo en la permeabilidad respecto al valor correspondiente a la densidad ya que la permeabilidad se calcula con el promedio de los flujos que tienen lugar por las zonas de mayor y menor densidad.

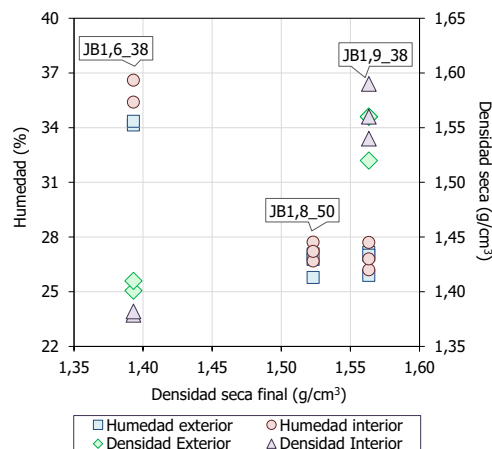


Figura 5.95. Humedad y densidad seca obtenidas tras el desmontaje en las secciones exterior e interior frente a la densidad seca final de los ensayos con junta analizados.

Otros autores como Horseman *et al.* (1999) y Popp *et al.* (2014) determinaron las propiedades de transporte de gas en muestras con juntas de bentonita MX-80 saturada dando como resultado un comportamiento semejante a muestras de semejantes características que no presentaban junta. Estos últimos, Popp *et al.* (2014), realizan un estudio centrado en las interfases entre bloques compuestos de bentonita y mezcla de bentonita/arena (60:40) llegando a la conclusión de que esas interfases no suponen caminos preferentes de paso de gas. Para ello realizan ensayos semejantes a los de *breakthrough* de este trabajo en los que observan que no existe una diferencia en los valores de presión aplicados en muestras con o sin junta. Además, corroboran el sellado de dichos bloques mediante la obtención de datos de cohesión con ensayos de corte directo obteniendo curvas comunes a muestras inalteradas. Durante la saturación de los bloques de bentonita se genera una cohesión entre los granos matriciales en contacto que resulta en un perfecto sellado. Las presiones de *breakthrough* halladas por dichos autores son también superiores a las de hinchamiento, como en este trabajo, y deben estar relacionadas con la densidad seca de la arcilla en el material.

Popp *et al.* (2014) también analizaron la permeabilidad al agua en muestras con junta y deducen que no se produce un flujo de agua preferente a través de la interfase sino que domina el hinchamiento de la matriz.

Tras este análisis comparativo de las muestras de bentonita FEBEX saturadas con junta y sin junta, se llega a la conclusión de que las muestras con junta una vez saturadas presentan el mismo comportamiento que muestras con semejantes características preparadas sin junta. Por lo tanto, las juntas entre bloques de bentonita no serán caminos preferentes de paso de gas.

En todas las porosimetrías realizadas en las zonas de junta (interna) y las zonas más próximas a la celda (externa) del ensayo JB1,6_38 (Figura 5.96a y Tabla 5.26), aparecen diversas familias de poros con valores $>2 \mu\text{m}$ superpuestas a la macroporosidad derivada de la saturación. El mayor volumen accedido corresponde a la sección interna, menos densa, pero diferenciando el tamaño de poro entre la zona superior ($>0,1 \text{ mm}$) y la zona inferior ($>10 \mu\text{m}$). Los mayores tamaños de poro ($>0,1 \text{ mm}$) corresponden a la superficie de inyección del gas, asociados al aumento de succión en esa zona (para $P_{\text{iny}} > 3 \text{ MPa}$) y el aumento de tamaño de poro.

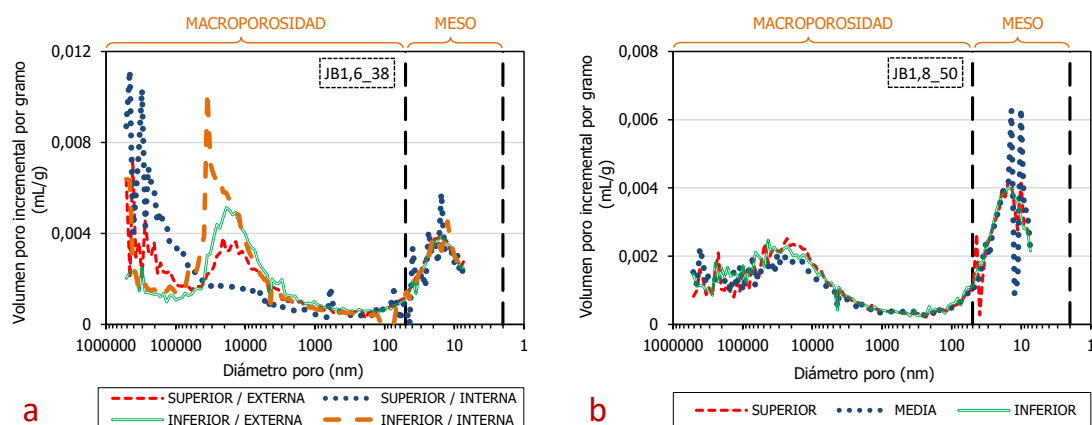


Figura 5.96. Distribución del diámetro de poro en las diferentes secciones realizadas en las muestras de bentonita FEBEX con interfase tras el desmontaje del ensayo de breakthrough.

5.3. Influencia de la presencia de interfases en la permeabilidad

Una nueva familia de macroporos aparece exclusivamente en las secciones superiores con una moda >412 μm , probablemente asociada a la apertura de caminos por el gas.

En el ensayo JB1,8_50 también aparecen diversas familias de poros (>10 μm) superpuestas a la macroporosidad derivada de la saturación con una distribución muy semejante en todas las zonas (Figura 5.96b y Tabla 5.26).

Tabla 5.26. Resultados de la porosimetría por intrusión por mercurio de las muestras de bentonita FEBEX con interfase tras el desmontaje del ensayo de breakthrough.

Ensayo	Sección	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
				Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(b) (%)
JB1,6_38	SUP ^(a) / EXT ^(a)	1,40	34,5	47	412818	16	15	37
	SUP / INT ^(a)	1,38	36,6	52	455433	15	15	33
	INF ^(a) / EXT	1,41	34,1	46	18783	16	15	38
	INF / INT	1,38	35,4	51	35144	16	12	33
JB1,8_50	SUPERIOR	1,54	28,2	34	23154	20	15	46
	MEDIA	1,51	26,9	31	412830	19	10	50
	INFERIOR	1,52	27,3	34	43333	20	15	46

^(a) SUP (superior), INF (inferior), EXT (externa) e INT (interna). ^(b) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

5.3.2. Granito/bentonita

Estos ensayos fueron preparados con la intención de simular la interfase entre la barrera de bentonita y la roca encajante compuesta en este caso por granito para comprobar si dicha interfase podría actuar como camino preferente de paso de gas una vez saturada la barrera.

Las muestras de granito/bentonita FEBEX GB3 y GB4 se montaron en celdas de acero iguales a las utilizadas en los ensayos de *breakthrough* de diámetro y altura igual a 5 cm. Un semicilindro de granito y otro de bentonita se introdujeron en la celda, sellando el granito a la pared de la celda con una resina epoxi. Tras el montaje, se procedió a su saturación en el interior de las celdas y, posteriormente, se trasladaron al mismo equipo en que se determinaron las presiones de *breakthrough* en las muestras de bentonita FEBEX saturada (apartado 4.2.2).

Las presiones establecidas en el extremo de entrada y salida antes del inicio del ensayo fueron de 100 y ~ 1 kPa, respectivamente. Al iniciar el ensayo se estableció un flujo de gas a través de la muestra. Dichos ensayos se repitieron en varias ocasiones en ambas muestras (GB3 y GB4) encontrándose paso de gas desde el inicio del ensayo en todos los casos. La causa del registro instantáneo de flujo de gas pudo deberse a un sellado incorrecto del granito con la pared de la celda de acero.

Por lo tanto, se extrajeron las muestras GB3 y GB4 de las celdas de acero para enfundarlas en dos camisas de látex e introducirlas en el interior de celdas triaxiales en las que se aplicó una presión confinante y evitó, de esa manera, que el gas se transportara en la interfase granito/camisa.

Una vez en el interior de la celda triaxial se procedió a resaturar las muestras por si se hubieran secado previamente durante los ensayos de *breakthrough* fallidos o la manipulación de las muestras. Para ello, se aplicó una presión de agua en ambos extremos de 600 kPa y una presión confinante de 1500 kPa. Los tiempos iniciales de saturación fueron muy largos (>9 meses) al que igual que los de resaturación (>10 meses). La completa saturación se comprobó al final de los ensayos mediante el cálculo de humedad de la muestra a partir de la diferencia entre su peso inicial y final.

Tras su completa saturación, el ensayo GB3, se conectó a un sistema especialmente diseñado para medir presiones de *breakthrough* en celda triaxial (apartado 4.3.2), con el previo cambio de los filtros por otros secos.

En el caso de la GB4, tras su saturación, se conectó a la línea de baja presión del permeámetro de carga fija (apartado 4.1.3.2).

En ambos ensayos, GB3 y GB4, independientemente del sistema al que se encontraran conectados, se les aplicó la misma pauta de subida de presión en el depósito de entrada de 100 kPa cada 24 h.

La superficie considerada en el cálculo de las permeabilidades fue el diámetro total de la muestra 5 cm.

5.3.2.1. Ensayo GB3

La saturación inicial de esta muestra se realizó en el interior de la celda de acero y, a continuación, se llevaron a cabo dos ensayos de *breakthrough* (Fase 2 y 4) intercalados por uno de saturación (Fase 3), todos ellos llevados a cabo en la propia celda triaxial.

La permeabilidad efectiva (m^2) que se da en cada episodio de *breakthrough* del ensayo GB3 corresponde al valor medio de las dos permeabilidades más bajas obtenidas en el depósito de entrada y salida (normalmente semejantes).

Durante la Fase 2, desde que se alcanzaron los 300 kPa en el depósito de entrada, se registró un ligero aumento en la presión del depósito de salida, aunque este comenzó a ser significativo alcanzados los 900 kPa, momento considerado de *breakthrough* (Figura 5.97). La presión confinante aplicada durante todo el ensayo fue de 1500 kPa y, por tanto, la presión efectiva (*diferencia entre presión confinante y el promedio de las presiones de inyección y cola*) a la que tuvo lugar el episodio fue de 1035 kPa. Con la intención de provocar un segundo episodio *breakthrough*, a pesar de que el flujo de gas no había cesado completamente tras el primero, se aumentó el gradiente de presión y alcanzados unos 700 kPa en el depósito de entrada, se registró un aumento en el flujo de gas. Ese momento no fue considerado un episodio como tal pero sí se calcularon permeabilidades a partir de él. La permeabilidad efectiva más baja obtenida es de un orden de magnitud de $10^{-20} m^2$.

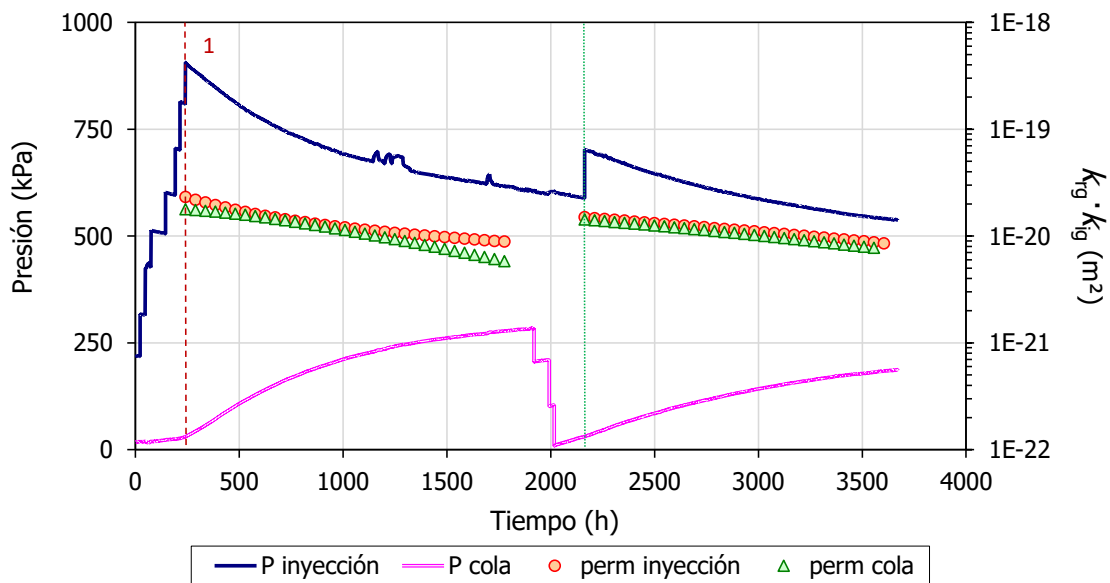
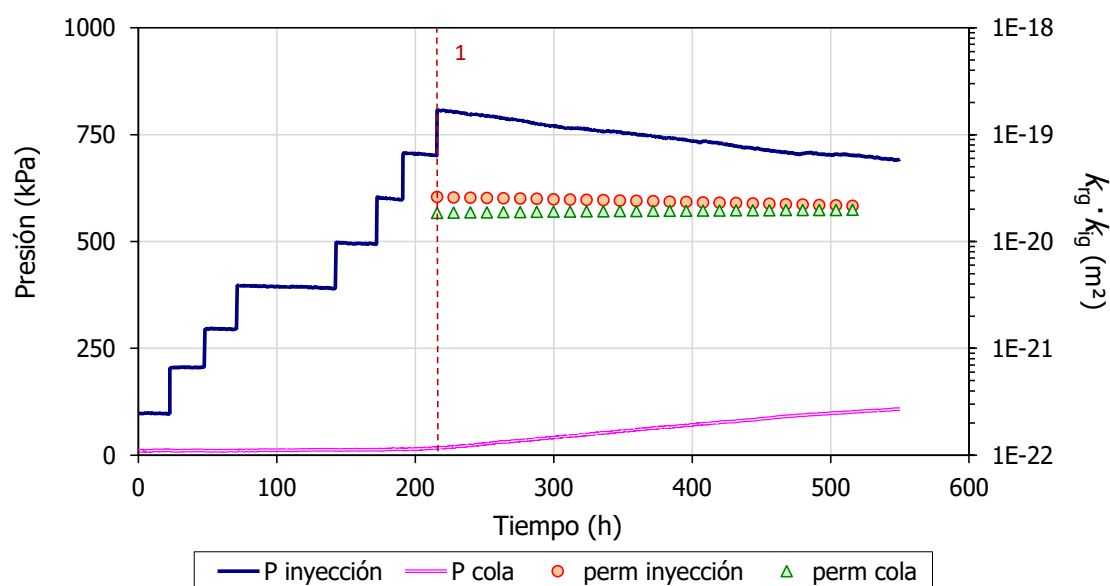


Figura 5.97. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva de la Fase 2 del ensayo GB3 (P confinante = 1500 kPa).

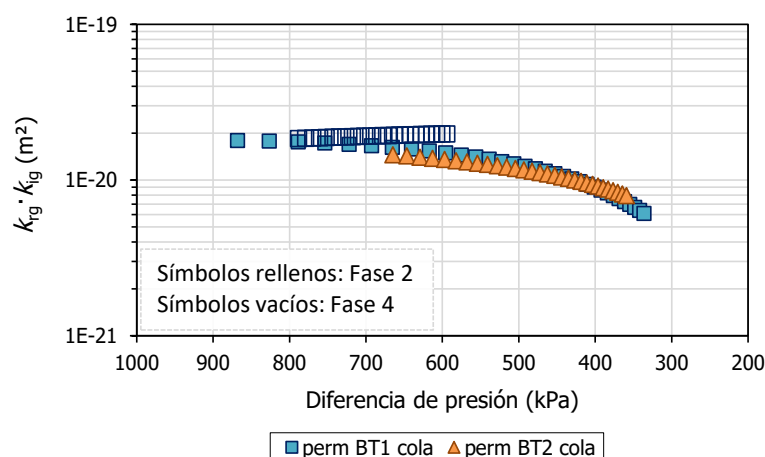
A continuación, se resaturó la muestra en el interior de la celda triaxial aplicando una presión de agua en ambos extremos de 600 kPa y una presión confinante de 1500 kPa.

Durante la Fase 4, tuvo lugar un único episodio de *breakthrough* a una presión de inyección de 800 kPa (Figura 5.98). Al igual que en la Fase 2, la presión confinante aplicada fue de 1500 kPa y, por tanto, la presión efectiva en el momento del *breakthrough* fue de 1085 kPa. Aunque se registró un ligero flujo de gas con anterioridad, no resultó ser significativo hasta que el depósito de entrada alcanzó una presión de 800 kPa. La permeabilidad efectiva más

baja obtenida en dicho episodio fue similar en magnitud a los valores obtenidos durante la Fase 2.



Las permeabilidades efectivas calculadas durante la Fase 2 presentaron prácticamente la misma tendencia, disminuyendo ligeramente conforme disminuía la diferencia de presión entre ambos depósitos (Figura 5.99). Las permeabilidades correspondientes a la Fase 4 aumentaron ligeramente, pero sin alejarse demasiado de la tendencia principal.



Las presiones efectivas en la Fase 2 fueron disminuyendo conforme la permeabilidad efectiva aumentaba una vez producidos los episodios de *breakthrough* (

Figura 5.100). Sin embargo, en la Fase 4 se registró una ligera disminución de la permeabilidad conforme disminuía ligeramente la presión efectiva. Esto puede ser debido a cierta consolidación de la muestra en sentido radial.

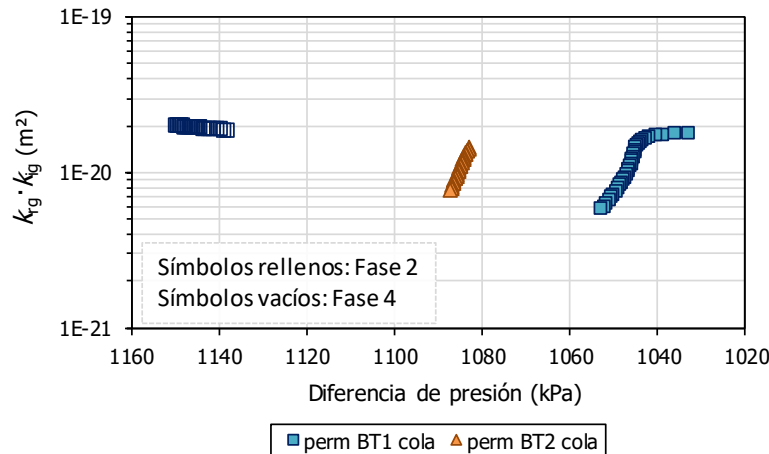


Figura 5.100. Permeabilidad efectiva frente a la presión efectiva de las Fases 2 y 4 del ensayo GB3.

La presión de inyección a la cual se produce un flujo de gas a través de la muestra del primer episodio de la Fase 2 es semejante a su correspondiente en el Fase 4, al igual que sus correspondientes presiones efectivas (Tabla 5.27).

Tabla 5.27. Parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo GB3 en el momento de breakthrough.

Fase	Nº BT	Presión confinante (kPa)	Presión inyección (kPa)	Presión cola (kPa)	Presión efectiva ^(a) (kPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}^{(b)}$ (m ²)	Tras finalizar Fase (bentonita)		
							ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	1500	900	30	1035	$7,3 \cdot 10^{-21}$	--	--	--
	--	1450	--	--	--	$8,1 \cdot 10^{-21}$			
4	1	1550	800	20	1140	$2,0 \cdot 10^{-20}$	1,34	37,9	101

^(a) Diferencia entre la presión confinante y el promedio entre las presiones de inyección y cola en el momento de breakthrough. ^(b) Mínimo valor.

Durante el ensayo de *breakthrough* de la Fase 4 la muestra se secó (37,9 %) con respecto a la humedad calculada indirectamente tras la Fase 3 de resaturación (45,9 %) probablemente a causa del transporte de gas seco a través de la muestra.

Al extraer la muestra de la celda triaxial durante el desmontaje, ambas partes, granito y bentonita, se encontraban fuertemente adheridas (Figura 5.101, derecha) y para separarlas fue necesario el uso de una sierra.

Las densidades secas finales obtenidas para la bentonita y granito fueron de 1,34 y 2,78 g/cm³. La humedad de la bentonita final fue de 37,9 % \pm 0,4, encontrándose ligeramente menos húmeda y más densa en la parte superior (37,7 % y 1,34 g/cm³) que la inferior (38,4 % y 1,33 g/cm³) al estar en contacto directo con el gas.

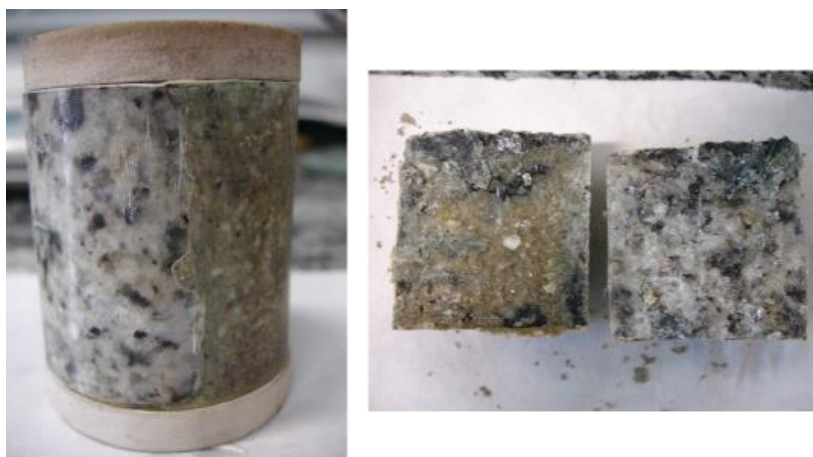


Figura 5.101. Junta granito/bentonita FEDEX GB3 tras el desmontaje (izquierda) y ambas secciones separadas (derecha).

5.3.2.2. Ensayo GB4

Como se ha comentado, los primeros “ensayos de *breakthrough*” realizados con este tipo de muestra en la celda de acero no fueron válidos porque el gas comenzó a pasar desde el inicio, entre el granito y la pared de la celda de acero.

Por tanto, la muestra se enfundó en dos camisas de látex y se trasladó a una celda triaxial que fue conectada a la línea de baja presión del permeámetro de carga fija (apartado 4.1.2.2). El procedimiento seguido es semejante al de las muestras de MX-80 explicado en el apartado 4.1.3.2, excepto que las presiones máximas de confinamiento e inyección fueron de 3000 y 2600 kPa, respectivamente. La presión de cola estuvo abierta a atmósfera durante todo el ensayo. Se realizó un de *breakthrough* (Fases 2) y, a continuación, uno de saturación (Fase 3), realizados todos ellos en la propia celda triaxial.

Las permeabilidades efectivas (m^2) se calcularon a partir de los flujos de gas medidos en los caudalímetros de salida en cada uno de los escalones donde se establecía un flujo de gas constante. Los escalones corresponden a las diferentes condiciones de contorno aplicadas en los ensayos realizados con el permeámetro de carga fija.

En la Fase 2 se registraron dos periodos en los que tuvo lugar flujo de gas (Figura 5.102). La presión efectiva, a la cual se produjo flujo de gas estuvo comprendida entre 1250-1750 kPa. El primer paso de gas (nº 1) se inició a una presión efectiva de 1250 kPa que finalizó a causa de la disminución progresiva de la presión de inyección. A continuación, fue necesario alcanzar una presión efectiva de 1750 kPa para conseguir un segundo paso de gas (nº 2).

Las caídas repentinas en la presión de inyección, una vez establecido el flujo de gas, se deben a un artefacto del dispositivo, en el cual, una vez establecido el flujo de gas a través de la muestra, se vacían las botellas presurizadas que alimentan la presión de inyección y que se cargan manualmente (Figura 5.102 y Figura 5.103). Si el flujo es muy elevado resulta complicado mantener durante un largo periodo de tiempo una presión lo suficientemente elevada para mantener dicho flujo de gas.

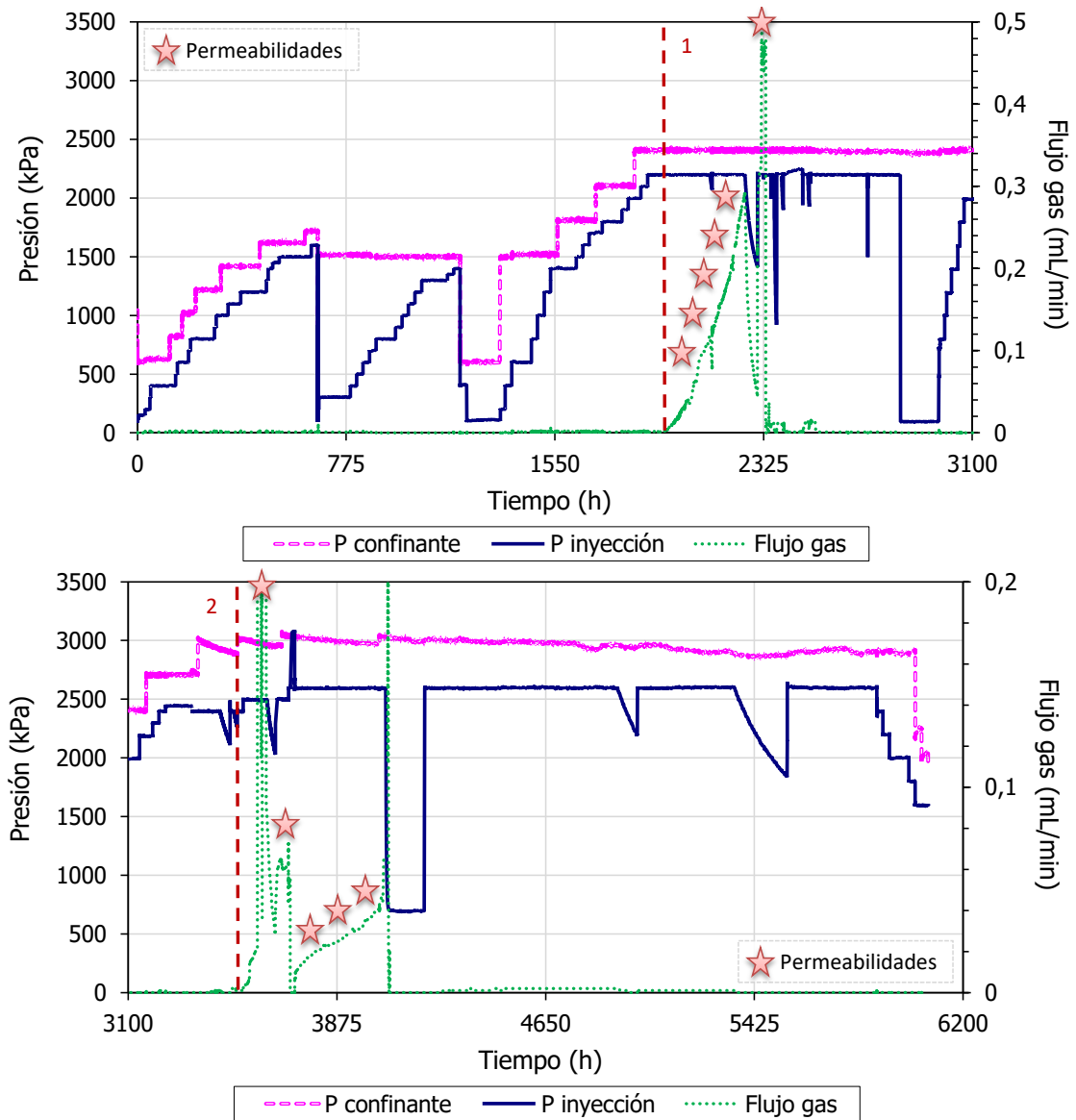


Figura 5.102. Evolución de las presiones de inyección y confinante, y flujo de gas en el 1^{er} ensayo de la Fase 2 del ensayo GB4 ($P_{cola} = P_{atmosférica}$). Las “estrellas” muestran los puntos donde se calculan permeabilidades aproximadas.

A falta de un flujo de gas lo suficientemente estable para el cálculo de permeabilidades fiables en la Fase 2, se hallaron valores aproximados en los rangos con un flujo de gas significativo (Figura 5.102: estrellas). La permeabilidad efectiva más baja hallada es de $4,4 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$.

Tras finalizar este primer ensayo, se decidió realizar otro semejante sin resaturar la muestra previamente. El flujo de gas registrado en este segundo ensayo (nº 3) fue mucho mayor y más continuo en el tiempo que en el anterior ensayo (Figura 5.103). La presión efectiva a la cual comenzó a haber flujo fue ligeramente más baja, 1000 kPa. Durante dicho ensayo también se registraron caídas en la presión de inyección debidas a la despresurización de las botellas

Se calcularon permeabilidades en periodos de tiempo donde el flujo de gas era continuo y estable (Figura 5.103: estrellas). Aunque en los escalones de bajada se registren los flujos de

gas más elevados, no se calculan permeabilidades a partir de ellos porque no llegan a estabilizarse. En este caso la permeabilidad efectiva más baja obtenida es de $7,1 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$.

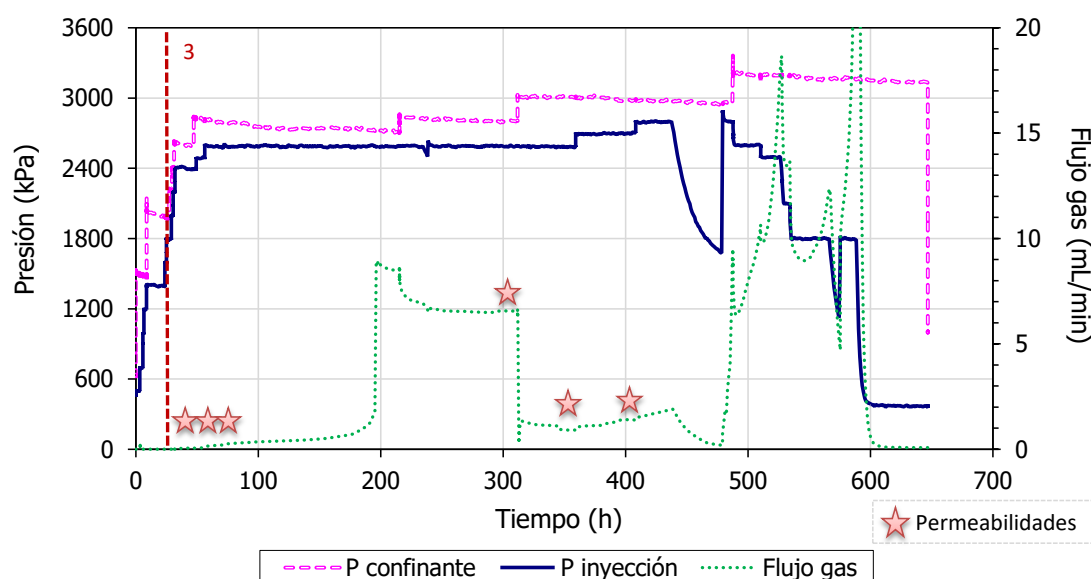


Figura 5.103. Evolución de las presiones de inyección y confinante, y flujo de gas en el 2º ensayo de la Fase 2 del ensayo GB4 ($P_{\text{cola}} = P_{\text{atmosférica}}$).

Las permeabilidades efectivas obtenidas en el segundo ensayo (paso de gas nº 3, Figura 5.103) quedan representadas en la Figura 5.104 frente a la presión confinante. Se observa que a mayor presión de inyección para igual presión confinante, la permeabilidad efectiva aumenta debido a la disminución en la presión efectiva. Para presiones de inyección semejantes, al aumentar la presión confinante, el valor de permeabilidad efectiva es ligeramente inferior. Dicho comportamiento describe todos los escalones realizados de subida en los que se aumenta progresivamente, en primer lugar, la presión confinante, y seguidamente, la de inyección, con una diferencia de presión mínima entre ambas de 300 kPa.

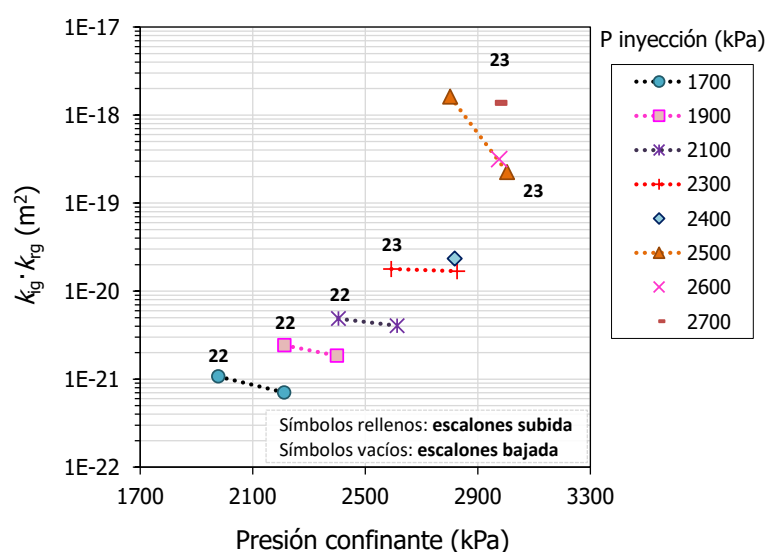


Figura 5.104. Permeabilidad efectiva de salida frente a la presión confinante para diferente presión de inyección en el 2º ensayo de la Fase 2 de la muestra GB4 (T^a indicada en $^{\circ}\text{C}$).

En la Tabla 5.28 vienen reflejados el conjunto de parámetros descriptivos del ensayo GB4. El paso de gas nº 3 se produce a una presión efectiva más baja (1100 kPa) porque la muestra ya había experimentado en dos ocasiones previas un flujo de gas a través de ella secando la estructura interna. En cuanto a las permeabilidades efectivas, aunque el valor más bajo obtenido en el paso de gas nº 3 es un orden de magnitud inferior a los otros dos, no se entra en comparaciones porque los valores en los pasos nº 1 y 2 son aproximados.

Tabla 5.28. Parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo GB4 en el momento del paso de gas.

Fase	Nº paso gas	Presión confinante (kPa)	Presión inyección (kPa)	Presión cola (kPa)	Presión efectiva ^(a) (kPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}^{(b)}$ (m ²)	T ^a (°C)	Tras finalizar Fase (bentonita)		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2	1	2400	2200	100	1250	$(4,4 \cdot 10^{-21})$	22	1,44	31,2	96
	2	3000	2400	100	1750	$(4,9 \cdot 10^{-21})$	20			
	3	2000	1700	100	1100	$7,1 \cdot 10^{-22}$	22			
3	--	--	--	--	--	--	--	1,42	35,1	106

(a) Diferencia entre la presión confinante y el promedio entre las presiones de inyección y cola. (b) Mínimo valor y entre paréntesis valores aproximados.

Tras el proceso de saturación, la junta irregular entre la sección de granito y la de bentonita se fue haciendo cada vez menos nítida hasta su perfecto sellado. De hecho, en el desmontaje, fue necesario separar ambas secciones con ayuda de una sierra (Figura 5.105).

Etapas finales: desmontaje

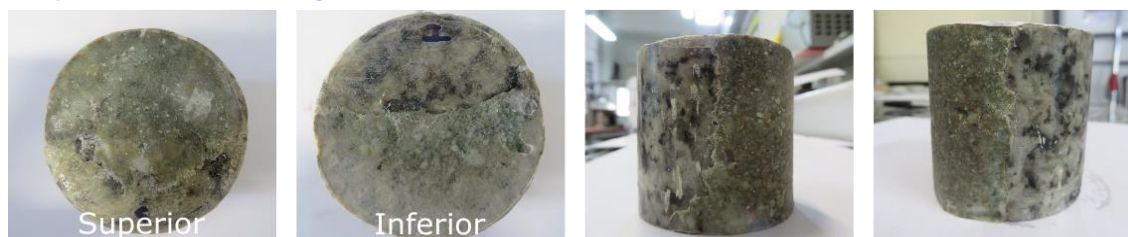


Figura 5.105. Vista frontal y lateral de la muestra GB4 tras su extracción de la celda triaxial.

Las humedades y densidades obtenidas en secciones no presentan ningún tipo de gradación significativo. La zona interna de la bentonita se encuentra ligeramente más seca (35,0 %) que la externa (35,2 %) y la zona superior, por la que se produce la inyección de gas, ligeramente menos húmeda y más densa (36,0 % y 1,41 g/cm³) que la inferior (36,3 6% y 1,38 g/cm³).

5.3.2.3. Análisis de la presión de *breakthrough* y la permeabilidad

Las presiones de *breakthrough* halladas en estas muestras son inferiores a sus respectivas en muestras de bentonita sin interfase (Tabla 5.29). Por ejemplo, para una muestra de granito/bentonita donde la bentonita tiene una densidad seca de 1,34 g/cm³ (GB3), la presión de *breakthrough* máxima alcanzada es de 1,1 MPa. Sin embargo, en una muestra de bentonita sin interfase de igual densidad seca, la presión alcanzada es de 1,5-1,6 MPa. Lo mismo sucede con muestras de granito/bentonita de mayor densidad seca, como es el caso del ensayo GB4 (1,44 g/cm³) con una presión efectiva máxima de 1,8 MPa. Dicho valor es

inferior a su correspondiente muestra sin interfase con una densidad seca incluso ligeramente inferior ($1,42 \text{ g/cm}^3$) y una presión de *breakthrough* entre 2,6-3,4 MPa.

En el ensayo GB3 se procedió a saturar la muestra tras el primer ensayo de *breakthrough* y, la presión de *breakthrough* alcanzada en el segundo ensayo (1,1 MPa, Fase 4) fue semejante a su correspondiente en la Fase 2 (1,0 MPa), por lo que las muestras de junta granito/bentonita también recuperan sus características iniciales con la adición de agua.

Las permeabilidades efectivas de las muestras GB3 y GB4 son semejantes a los órdenes de magnitud de las permeabilidades obtenidas en las muestras sin junta (10^{-20} - 10^{-22} m^2) de similar densidad seca.

Tabla 5.29. Resultados de los ensayos realizados en las muestras de granito/bentonita FEBEX en las Fases 2 y 4.

Ensayo	Fase	Nº paso gas	Presión efectiva ^(a) (MPa)	Presión residual (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ ^(b) (m^2)	Tras finalizar Fase (bentonita)		
						ρ_d (g/cm^3)	w (%)	S_r (%)
GB3	2	--	1,0	0,3	$7,3 \cdot 10^{-21}$	--	--	--
	4	--	1,1	0,6	$2,0 \cdot 10^{-20}$	1,34	37,9	101
GB4	2	1	1,3	--	$4,4 \cdot 10^{-21}$	1,44	31,2	96
		2	1,8	--	$4,9 \cdot 10^{-21}$			
		3	1,1	--	$7,1 \cdot 10^{-22}$			

^(a) Diferencia entre la presión confinante y el promedio entre las presiones de inyección y cola. ^(b) Valor más bajo.

El proceso de saturación produce una fuerte adherencia del bloque de bentonita sobre el de granito ya que en el desmontaje es necesario el uso de una sierra para separar ambos bloques. Sin embargo, esa misma interfase es más susceptible de ser atravesada por un flujo de gas ya que las presiones de *breakthrough* halladas son mucho más bajas.

Popp *et al.* (2014) observan también que el *breakthrough* sucede a una presión mucho más baja en interfases de granito/bentonita que en el caso de las interfases únicamente de bentonita puesto que no se genera esa cohesión entre partículas.

5.4. Permeabilidad en la roca arcillosa Opalinus

Se realizaron ensayos de permeabilidad al gas en muestras de arcilla Opalinus, escogida como roca encajante según el concepto suizo de almacenamiento geológico. Las muestras se extraen mediante perforación de un bloque procedente del laboratorio subterráneo situado en Mont Terri (Suiza). El proceso de extracción se realiza en sentido perpendicular a los planos de estratificación y resulta complicado porque las muestras se rompen con facilidad por dichos planos laminares de sedimentación.

Las probetas, con diámetro y altura de 3,8 cm y 2,0 cm, respectivamente, se envuelven en camisas de caucho, se colocan los filtros de papel y piedras porosas en ambos extremos y se fijan en los soportes de las celdas de acero.

Las pautas de aumento de las presiones de inyección y confinamiento no fueron las mismas en todas las muestras de arcilla Opalinus, sino que variaron en función de las necesidades de cada muestra, manteniendo siempre la presión confinante por encima de la presión de inyección (Figura 4.38). Todos los ensayos se iniciaron con una presión confinante de 8 MPa y, la presión de inyección se incrementó en 0,5 MPa cada 24 h hasta alcanzar 7 MPa. Si no se registra un flujo de gas, se siguen aumentando las presiones hasta alcanzar los valores máximos permitidos por la celda de 22 y 18 MPa para la presión confinante y de inyección, respectivamente.

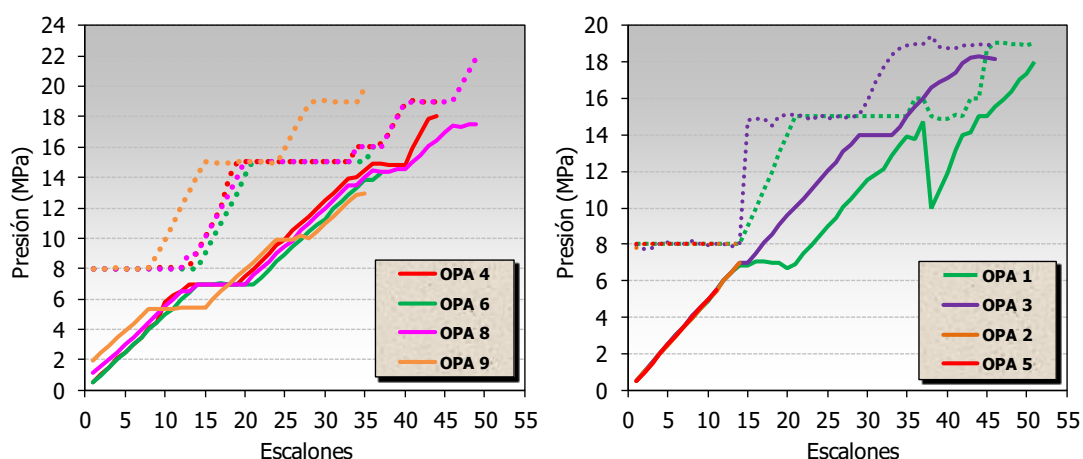


Figura 5.106. Escalones de presión seguidos durante los ensayos. La presión confinante viene representada por la línea de puntos y la presión de inyección por la línea continua.

Se realizaron nueve ensayos con la arcilla Opalinus en celdas triaxiales de acero obtenidas por perforación del sondeo BDR-1 en dirección perpendicular a la estratificación. Las muestras no fueron saturadas ni previamente ni durante los ensayos. En la Tabla 5.30 se resumen las características de cada una de las muestras antes y después del ensayo de permeabilidad al gas.

Dos de las muestras (OPA 3 y 4) se saturaron tras finalizar el primer ensayo de permeabilidad al gas en la propia celda de acero para proceder, a continuación, a determinar la conductividad hidráulica.

Tabla 5.30. Características de las muestras al inicio y final del ensayo.

Referencia	Superficie (cm ²)	Altura (cm)	ρ_d inicial (g/cm ³)	W inicial (%)	S_r inicial (%)	ρ_d final (g/cm ³)	W final (%)	S_r final (%)
OPA1	9,1	3,0	--	--	--	2,29	4,8	72
OPA 2	9,2	2,4	2,32	2,1	34	--	5,6	--
OPA 3	9,2	2,8	2,29	5,6	84	2,22	5,7	69
OPA 4	9,3	1,2	2,21	7,5	90	2,12	7,3 ^{a,b}	71
OPA 5	9,1	2,0	2,33	5,8	96	2,33	5,8	96
OPA 6	9,3	1,1	2,32	3,3	53	2,34	2,4	41
OPA 7	9,3	1,2	2,31	3,1	49	--	6,8 ^b	--
OPA 8	11,4	2,0	2,32	4,7	75	2,29	4,7	69
OPA 9	11,3	1,8	2,36	3,9	70	2,39	3,5	71
Promedio	9,7±1,0	1,9±0,7	2,31±0,04	4,5±1,8	69±22	2,28±0,09	5,2±1,6	70±16

(a) Muestra saturada entre los dos ensayos de permeabilidad al gas. (b) La muestra se moja al final del ensayo.

El conjunto de ensayos con arcilla Opalinus se llevaron a cabo en el permeámetro de carga fija tras la separación del sistema inicial de medida en dos líneas independientes denominadas de alta y baja presión (apartado 4.1.2.2). Normalmente, en primer lugar, las celdas se conectaban a la línea de baja presión y, si no se detecta un flujo de gas significativo, se conectaban a la línea de alta presión donde estaba instalado el caudalímetro de menor rango (procedimiento modificado según la disponibilidad de las líneas y demanda de las muestras).

Los flujos de gas detectados en el primer ensayo (OPA 1) estuvieron por debajo del valor mínimo (2 % de su escala) de los caudalímetros instalados por entonces. Se sustituyó el de mayor rango (1000 mL/min) por uno de 2 mL/min en la línea de alta presión. Así, el límite inferior en esta línea pasó a ser de 0,04 mL/min mientras, en la línea de baja presión, con un caudalímetro de 10 mL/min, el límite inferior siguió siendo de 0,2 mL/min.

Aun así, en muchos de los ensayos, los flujos de gas detectados no superaron el error instrumental de los caudalímetros de menor rango instalados (flujos de gas <0,04 mL/min). Esto significa que las presiones aplicadas mediante el dispositivo experimental son insuficientes para alcanzar la presión de *breakthrough* en las muestras de arcilla Opalinus.

En la Tabla 5.31 se resumen los principales parámetros a considerar en este tipo de ensayos, si el flujo de gas registrado es superior al error instrumental se incluye, además: (1) el promedio de los flujos de gas medidos y, (2) el valor de permeabilidad efectiva más bajo obtenido en función de la presión confinante. Se añade el rango de presión de inyección (P_{iny}) aplicado para esas presiones confinantes.

Cuando se registra un flujo de gas superior al error instrumental se calculan permeabilidades efectivas a la salida de la muestra en cada uno de los escalones realizados y

estables en el tiempo que responden, a su vez, a distintas condiciones de contorno aplicadas en el ensayo con el permeámetro de carga fija.

Como muestra la Tabla 5.31 solo se registra flujo de gas por encima del límite de error del instrumental en las muestras de OPA 7 y OPA 9, por lo que serán los únicos ensayos que se describan en detalle a continuación, además de los ensayos de permeabilidad al agua realizados en las muestras OPA 3 y 4. La descripción detallada de todos los ensayos se encuentra en Villar *et al.* (2015b).

Tabla 5.31. Resumen de los flujos de gas y permeabilidades efectivas.

Referencia	Presión confinante (MPa)					
	8		15-16		18-19	
	Flujo (mL/min)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	Flujo (mL/min)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	Flujo (mL/min)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)
OPA 1	no flujo (P_{iny} 0,5-7 MPa)		no flujo (P_{iny} 7-15 MPa)		no flujo (P_{iny} 15-18 MPa)	
OPA 2	no flujo (P_{iny} 0,5-7 MPa)		--		--	
OPA 3	no flujo (P_{iny} 0,5-7 MPa)		no flujo (P_{iny} 7-14 MPa)		no flujo (P_{iny} 14-18 MPa)	
OPA 4	no flujo (P_{iny} 0,5-7 MPa)		no flujo (P_{iny} 7-15 MPa)		no flujo (P_{iny} 15-18 MPa)	
OPA 4-sat	no flujo (P_{iny} 1-6,5 MPa)		no flujo (P_{iny} 7 MPa)		--	
OPA 5	no flujo (P_{iny} 0,5-5 MPa)		--		--	
OPA 6	no flujo (P_{iny} 0,5-7 MPa)		no flujo (P_{iny} 12-14 MPa)		--	
OPA 7	0,063 (P_{iny} 4,5-7 MPa)	$1,31 \cdot 10^{-21}$	0,103 (P_{iny} 7-12 MPa)	$7,85 \cdot 10^{-22}$	--	
OPA 8	no flujo (P_{iny} 1-6,5 MPa)		no flujo (P_{iny} 7-14,5 MPa)		no flujo (P_{iny} 14,5-17,5 MPa)	
OPA 9	0,142 (P_{iny} 2-5 MPa)	$7,84 \cdot 10^{-21}$	0,104 (P_{iny} 5,5-10 MPa)	$1,44 \cdot 10^{-21}$	0,134 (P_{iny} 10-13 MPa)	$9,33 \cdot 10^{-22}$

Tras los ensayos de permeabilidad al gas realizados en los ensayos OPA 3 y 4, las celdas se conectaron al equipo experimental para medir permeabilidades al agua con agua desionizada. En la Tabla 5.32 vienen reflejadas las permeabilidades y las condiciones fijadas para cada uno de los ensayos. En el ensayo **OPA 4** no se registró flujo de agua bajo los gradientes hidráulicos de 1560 y 3114.

Tabla 5.32. Resultados de los ensayos de permeabilidad al agua de los ensayos OPA 3 y 4.

Referencia	Tiempo (días)	Presión confinante (MPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s)	k_{tw} (m ²)	Temperatura (°C)
OPA 3	6	1,5	2043	$2,2 \cdot 10^{-13}$	$2,3 \cdot 10^{-20}$	24
OPA 4	23	1,5	4672	$2,7 \cdot 10^{-14}$	$2,7 \cdot 10^{-21}$	21

5.4.1. Ensayo OPA 7

El procedimiento de aumento de presión seguido en este ensayo viene representado en la Figura 4.38 y fue llevado a cabo en la línea de alta presión. Esta muestra se torneó con un diámetro de 3,4 cm y se fijó a los soportes de la celda tipo 2 mediante parafilm, cinta americana y camisa de caucho.

El flujo de gas perpendicular a la estratificación de la muestra se inicia al alcanzar una presión efectiva de 5,7 MPa. El flujo de gas aumenta progresivamente conforme lo hace la presión de inyección a una presión confinante estable debido a la disminución en la presión efectiva (Figura 5.107a, flechas). Sin embargo, este aumento de flujo no es suficiente como para producir un aumento de permeabilidad, ya que en el cálculo de la permeabilidad intervienen otros parámetros (apartado 4.4.4). El flujo de gas en este ensayo fue lo suficientemente elevado como para calcular permeabilidades efectivas (Figura 5.107b).

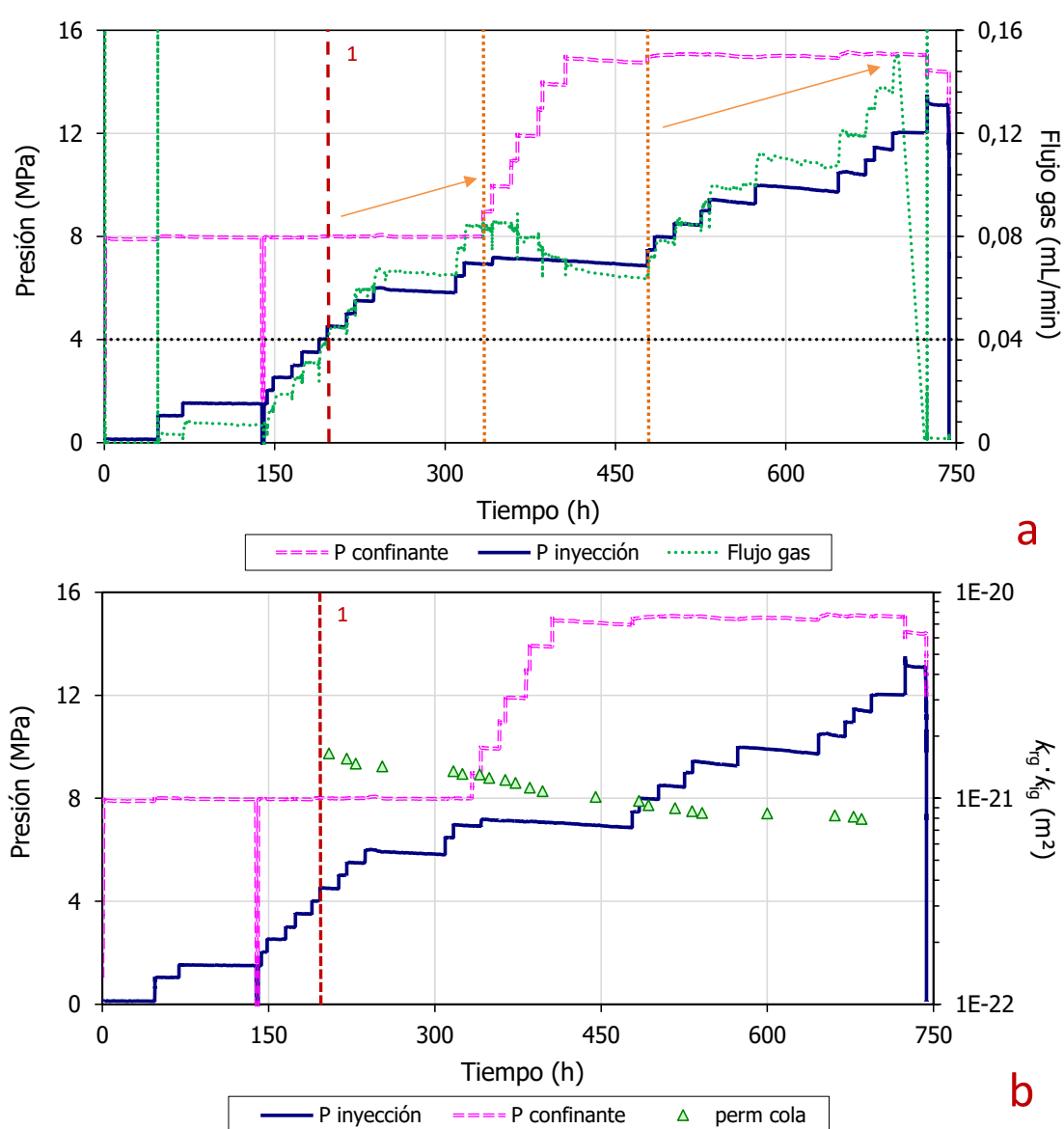


Figura 5.107. Evolución de las presiones de inyección y confinante, (a) flujo de gas y, (b) permeabilidad efectiva en el ensayo OPA 7 (línea alta presión).

La permeabilidad efectiva disminuye si se aumenta la presión confinante (Figura 5.108).

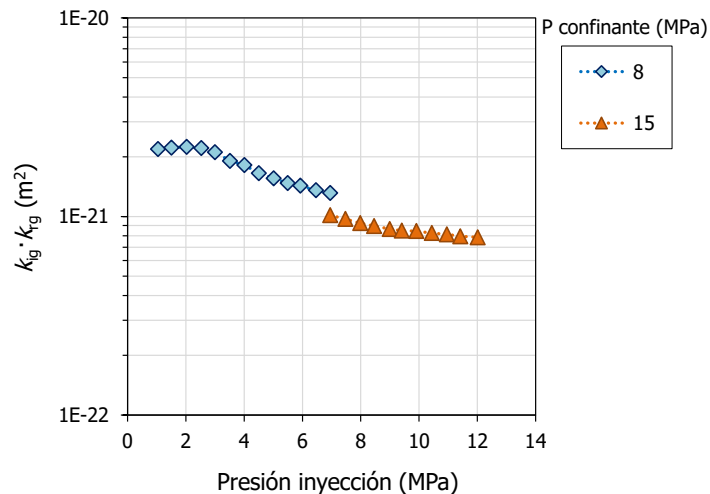


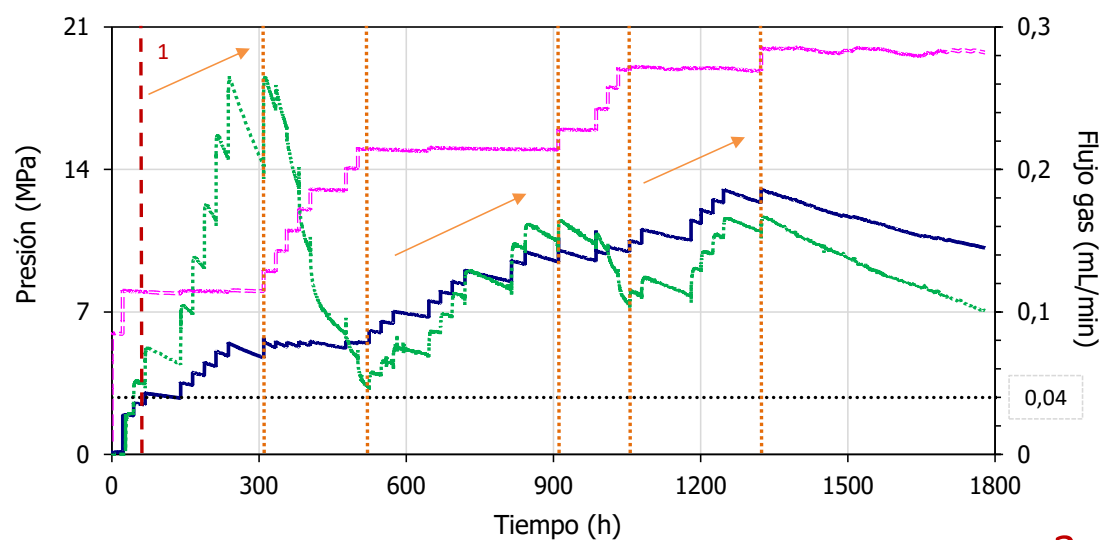
Figura 5.108. Permeabilidad efectiva de salida frente a la presión de inyección según la presión confinante en el ensayo OPA 7.

5.4.2. Ensayo OPA 9

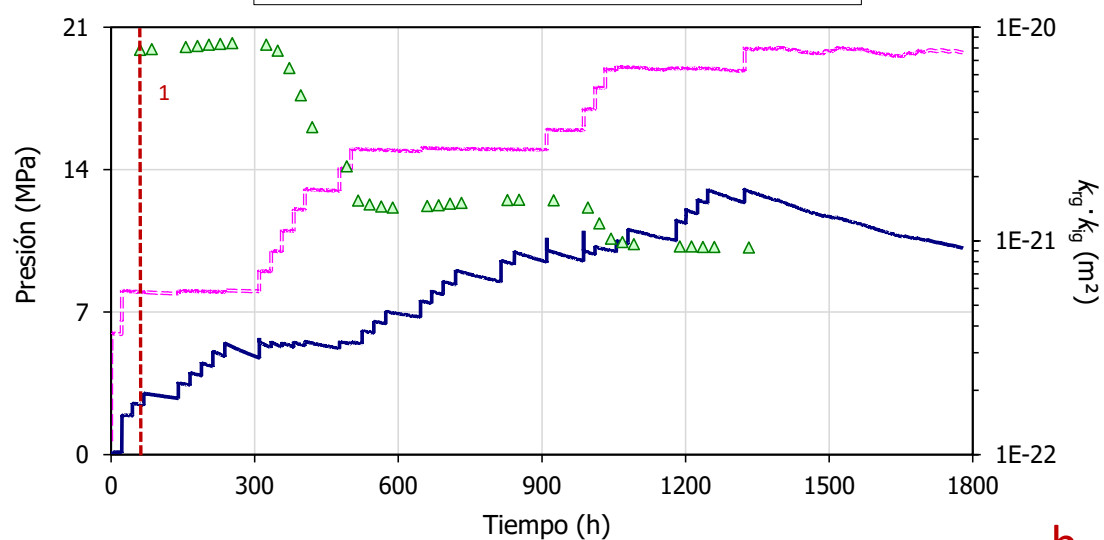
El procedimiento de aumento de presión seguido en este ensayo viene representado en la Figura 4.38 y fue llevado a cabo en la línea de alta presión. Esta muestra se torneó con un diámetro de 3,8 cm y se fijó a los soportes de la celda tipo 2, especialmente adaptados al diámetro de la muestra, mediante parafilm, cinta americana y camisa de caucho.

El flujo de gas perpendicular a la estratificación de la muestra se establece a una presión efectiva de 6,7 MPa (Figura 5.109a). Se observa que, para una presión confinante constante, el aumento de la presión de inyección conlleva un aumento en el flujo de gas a través de la muestra (flechas), sobre todo al inicio del ensayo con una presión confinante de 8 MPa y un rango de presión de inyección de 2-6 MPa. Las caídas en la presión de inyección y, por tanto, en el flujo de gas en cada uno de los escalones se debe al vaciado de la botella situada a la entrada de la muestra que se rellena manualmente. En este ensayo el flujo de gas fue lo suficientemente elevado como para calcular permeabilidades efectivas en prácticamente todo el ensayo (Figura 5.109b).

La permeabilidad efectiva de la muestra disminuye conforme se aumentan la presión confinante (Figura 5.110). El mayor descenso de la permeabilidad tiene lugar al variar la presión confinante de 8 a 15 MPa, pero no se ve muy afectada por la presión de inyección.



a



b

Figura 5.109. Evolución de las presiones de inyección y confinante, (a) flujo de gas y, (b) permeabilidad efectiva en el ensayo OPA 9 (línea alta presión).

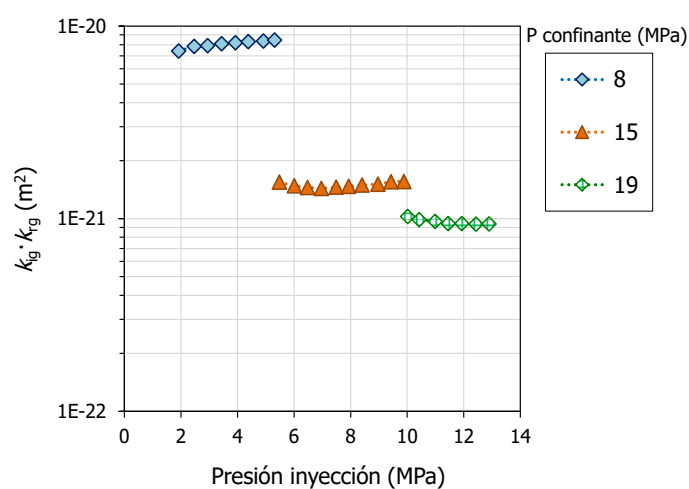


Figura 5.110. Permeabilidad efectiva de salida frente a la presión de inyección para diferente presión confinante en el ensayo OPA 9.

Tras el desmontaje, la muestra estaba intacta (Figura 5.111) y se realizaron tres secciones que se utilizaron para calcular densidades, humedades y porosimetrías por intrusión de mercurio. Además, se observaron en lupa binocular otros fragmentos de cada una de las secciones. En algunos de ellos se pueden ver fisuras (Figura 5.112) pero no se puede verificar su continuidad en la vertical de la muestra. Dichas fisuras podrían actuar como caminos preferentes de paso de gas o de almacenamiento de gas durante la inyección.



Figura 5.111. Aspecto final de la muestra OPA 9.

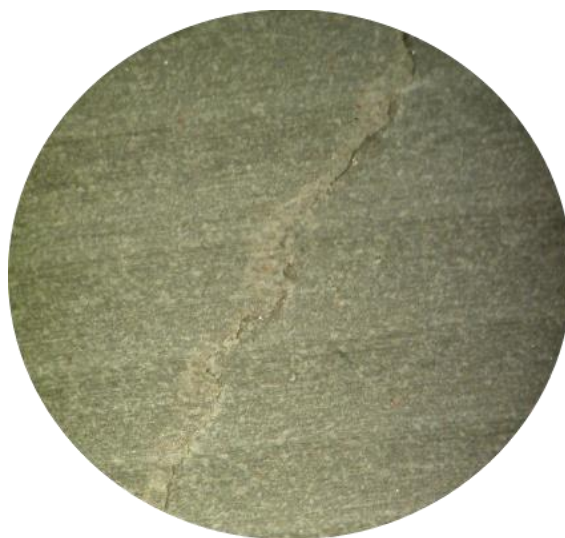


Figura 5.112. Aspecto final de la sección inferior de la muestra OPA 9 bajo la lupa binocular (aumento 11,25).

Durante el ensayo de permeabilidad al gas, la muestra se consolidó de 2,36 a 2,39 g/cm³ y se secó de 3,9 a 3,5 % mientras que el grado de saturación se mantuvo prácticamente constante (70-71 %). Las muestras se analizan también además por porosimetría de intrusión de mercurio. La distribución en el diámetro de poro (Tabla 5.33, Figura 5.113) obtenida en cada una de las secciones no se diferencia a la muestra intacta de la arcilla Opalinus procedente del sondeo BHG-D1 en el campo de los mesoporos (Villar y Romero, 2012).

La mayoría de los diámetros de poros se encuentran en el rango de la mesoporosidad (2-50 nm) con un tamaño de poro predominante comprendido entre 8 y 15 nm, que corresponde con la presión de entrada de aire de entre 19 y 36 MPa, deducidas a partir de porosimetrías. Tan solo la parte superior, a través de la cual se inyecta el gas, presenta un mayor porcentaje en macroporos (28 %) y un tamaño de poro predominante mayor que

podría estar asociado a un proceso de apertura de vías para el paso de gas. Con respecto a la muestra inalterada, las tres submuestras disminuyen claramente el porcentaje en macroporosidad debido quizás a la consolidación.

Tabla 5.33. Resultados de las porosimetrías realizadas en una muestra inalterada y el ensayo OPA 9.

OPALINUS	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)
SUPERIOR	2,37	3,5	28	455677	57	15	15
MEDIA	2,37	3,5	10	149606	43	8	47
INFERIOR	2,46	3,4	18	89539	70	10	13
INALTERADA	2,40	3,4	37	416408	62	11	2

(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

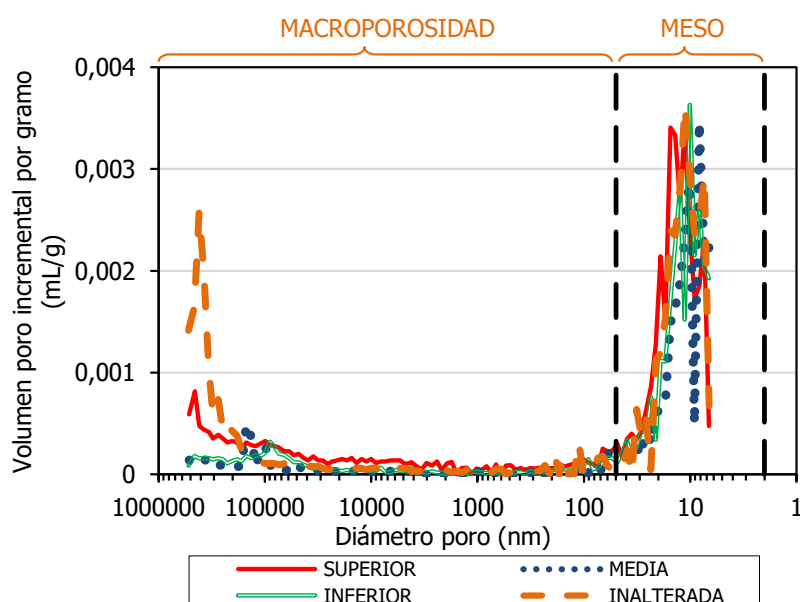


Figura 5.113. Distribución del diámetro de poro en las partes superior, media e inferior de una muestra inalterada de arcilla Opalinus y tras el desmontaje del ensayo OPA 9.

5.4.3. Análisis de la permeabilidad

Se obtuvo un registro significativo de flujo de gas, perpendicular a la estratificación de las muestras, en los ensayos OPA 7 y 9 a partir de una presión efectiva igual a 5,7 y 6,7 MPa, respectivamente (Tabla 5.34). Las permeabilidades efectivas calculadas en esas dos muestras presentan un orden de magnitud semejante comprendidas entre $1,0 \pm 0,2 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$. El flujo de gas registrado en el resto de ensayos se encontraba por debajo del error instrumental.

Tabla 5.34. Características y resultados de los ensayos realizados en los ensayos Opa 7 y 9.

Referencia	Superficie (cm ²)	Altura (cm)	Pd inicial (g/cm ³)	W inicial (%)	Sr inicial (%)	Presión confinante (MPa)		
						8	15-16	18-19
						$k_{ig} \cdot k_{rg}^{(a)}$ (m ²)		
OPA 7	9,3	1,2	2,31	3,1	49	$1,08 \cdot 10^{-21}$	$7,85 \cdot 10^{-22}$	--
OPA 9	11,3	1,8	2,36	3,9	70	$2,23 \cdot 10^{-21}$	$1,03 \cdot 10^{-21}$	$9,33 \cdot 10^{-22}$

(a) Valor más bajo.

Por lo tanto, los flujos de gas esperables en muestras de arcilla Opalinus son bajos y no detectables con el equipo experimental utilizado en este trabajo. Por tanto, la presión de inyección máxima aplicada (18 MPa) no es lo suficientemente elevada para provocar un flujo de gas en la dirección perpendicular a la estratificación de la arcilla Opalinus. Probablemente, si las muestras se hubieran preparado en dirección paralela a la estratificación, se hubieran registrado flujos de gases más fácilmente, por la mayor disponibilidad al transporte de gas que presentan los planos paralelos.

Las presiones de entrada de aire deducidas a partir de las porosimetrías realizadas al final del ensayo de OPA 9 están entre 19-36 MPa y, en otra muestra de arcilla Opalinus procedente del sondeo BHG-D1, se obtuvo un valor de 28 MPa (Villar y Romero, 2012). En Villar y Romero (2012) ajustaron los resultados obtenidos de las curvas de retención de agua realizadas con la arcilla Opalinus a la ecuación de van Genuchten (Van Genuchten, 1980) obteniendo un valor del parámetro P entre 6-34 MPa. Este parámetro P normalmente se relaciona con la presión de entrada de aire interpretada, a su vez, como el valor de succión a partir del cual el aire es capaz de entrar en la estructura porosa y, consecuentemente, establecerse un flujo de gas continuo. Por lo tanto, la presión de inyección máxima aplicada en estos ensayos es ligeramente inferior a la presión de entrada de aire necesaria para establecer un flujo de gas bifásico. Al contrario de lo que sucede en los materiales bentoníticos, no parece que exista un valor de presión de *breakthrough* inferior a la presión de entrada de aire del material que produzca un flujo de gas mediante otros mecanismos de transporte.

Senger *et al.* (2014) realizaron una serie de ensayos de inyección de gas en dirección perpendicular a los estratos en muestras de arcilla Opalinus procedentes del sondeo BHA-8/1. Dichos autores registraron flujos de gas estables a una presión de inyección de 12 MPa bajo una presión confinante isotrópica de 15 MPa. La presión de entrada de aire calculada a partir de la ecuación de van Genuchten en esas muestras fue de 18 MPa (Romero *et al.*, 2012), ligeramente inferior a las presiones del material estudiado en este trabajo. La metodología seguida por Senger *et al.* (2014) consiste en la inyección de un flujo de gas de manera rápida y los episodios de *breakthrough* tienen lugar en menos de 10 min. En este caso, la rápida inyección de gas puede ser una de las razones por lo que las presiones de *breakthrough* necesarias para establecer un flujo de gas son más bajas que la presión de entrada de aire del material. Durante el transporte de gas observan que se produce una expansión e incremento del espacio poroso y un descenso en la presión efectiva asociada al incremento de la presión en los poros.

En otros ensayos previos realizados a escala de laboratorio e “*in situ*” por Marschall *et al.* (2005), Romero *et al.* (2012), Jacops *et al.* (2014) y Senger *et al.* (2014) concluyeron que el

transporte de gas a través de la arcilla Opalinus está acompañado de un desplazamiento del agua intersticial, sugiriendo el clásico concepto de flujo bifásico en medios porosos de dos fases inmiscibles que puede ser aplicado cuando la presión de entrada de gas es inferior al mínimo esfuerzo principal que actúa sobre la roca. La variabilidad mineralógica y la heterogeneidad microestructural de la arcilla Opalinus sugieren que el transporte de gas tiene lugar principalmente a través de caminos preferentes. A presiones de gas elevadas, (cuando la presión de gas se aproxima al esfuerzo total que actúa en el cuerpo rocoso) vieron evidencias de mecanismos de transporte de gas mediante dilatación de trayectorias. En el caso de arcilla Opalinus, el flujo de gas a través de la dilatación y propagación de trayectorias se encuentra principalmente controlado por el estado de esfuerzos de dicha roca (Marschall *et al.*, 2005) además de las fuerzas visco-capilares presentes.

En dos de los ensayos (OPA 3 y 4) se midió la permeabilidad al agua en la dirección perpendicular a los estratos después de los ensayos de permeabilidad al gas. Las permeabilidades obtenidas presentan un orden de magnitud comprendido entre 10^{-14} y 10^{-13} m/s. Romero *et al.* (2012) midió permeabilidades al agua de un orden de magnitud semejante (10^{-13} m/s) en arcilla Opalinus procedente de otro sondeo.

Capítulo 6. Conclusiones

Con este último capítulo se pretende responder a las preguntas expuestas en el apartado de objetivos y englobarlas dentro del marco teórico de un AGP. Además de exponer las nuevas futuras vías de investigación que han surgido durante la elaboración de este trabajo.

En el apartado **6.1** se resume el trabajo realizado y las principales **conclusiones** obtenidas tras la discusión del conjunto de resultados.

En el apartado **6.2** se presentan las **contribuciones** aportadas por este trabajo principalmente orientadas al conocimiento del transporte de gas en materiales de barrera.

En el apartado **6.3** se citan las **perspectivas de futuro** que ayudarían a completar el trabajo realizado.

6.1. Resumen y conclusiones

En este capítulo se exponen brevemente las consideraciones teóricas, resultado de investigaciones previas, en las que se ha basado este trabajo y se describe el procedimiento experimental seguido para investigarlas en los materiales objeto de estudio. Seguidamente se resumen, entre los aspectos tratados y desarrollados durante los anteriores apartados, aquellos relevantes para la seguridad del almacén geológico profundo, principalmente la barrera de arcilla.

El trabajo realizado durante esta tesis se enmarcó dentro del proyecto FORGE, en el que se estudió el transporte de gas en materiales de barrera (bentonita FEBEX y MX-80) y rocas encajantes de composición granítica y arcillosa (arcilla Opalinus). Gran parte de dicho trabajo de tesis ha sido presentado y publicado en los informes y congresos realizados durante dicho proyecto.

6.1.1. Consideraciones teóricas

En un almacenamiento de residuos radiactivos, la generación de gas se superpondrá inicialmente con el proceso de saturación de la barrera. Durante el periodo de saturación, la barrera parcialmente saturada facilitará el escape de gas evitando la sobrepresión, porque la permeabilidad no saturada de la bentonita es relativamente alta. En general, se acepta que el mecanismo más eficaz para el transporte de un fluido en la matriz de un material poroso (con participación de macroporosidad de algún tipo) es el flujo advectivo (de Darcy) a través de poros interconectados. Este sistema de poros no es, en materiales naturales, estático, sufriendo cambios importantes al ser sometido a procesos de consolidación (compactación) y/o humectación (saturación o secado). Por tanto, el flujo de gas se verá afectado por las variables que afecten al sistema de poros: densidad seca (compactación), succión (grado de saturación), presión confinante (consolidación), presión de inyección de gas, tipo de material, etc. En el caso de una barrera de ingeniería, el transporte de gas podría tener lugar principalmente por caminos preferentes, como los que constituyen las juntas entre los bloques de bentonita compactada o las interfases entre los diferentes componentes de una barrera de ingeniería, así como a lo largo de la interfase entre el material de sellado y la roca almacén.

Simultáneamente se producirá también el transporte difusivo del gas disuelto en el agua de poro de la bentonita, aunque actualmente se tiene la certeza de que el transporte difusivo de gas disuelto es muy lento en comparación con la velocidad a la que se generará el gas, por lo que puede llegar a ser insuficiente para disipar el volumen de gas generado, produciéndose un incremento de presión en el entorno entre el contenedor y barrera de bentonita que será mayor cuanto más saturada esté la barrera. Por tanto, tras la completa saturación de la barrera de bentonita, el gas generado se acumulará hasta alcanzar una presión umbral, dependiendo de las condiciones locales, a partir de la cual se producirá el transporte de gas mediante la apertura temporal de caminos. Hasta alcanzar dicha presión umbral o de *breakthrough* el gas sólo podrá transportarse a través de su disolución en el agua. Cuando esa presión umbral se alcance, se formarán caminos preferentes de paso de gas cuyo tamaño es función de la presión local del gas y de las restricciones estructurales en la arcilla. Dichos caminos se cerrarán cuando la presión de gas caiga por debajo de una presión concreta, denominada presión residual. Mientras los caminos permanezcan cerrados, la presión de

gas se irá acumulando otra vez en la interfase entre el contenedor y la barrera de bentonita hasta alcanzar una nueva presión umbral. Por lo tanto, el gas generado se irá transportando al exterior de manera cíclica, regulado por la apertura y cierre de caminos preferentes de paso de gas controlados, a su vez, por el valor de presión alcanzado.

Los mecanismos precisos que controlan la entrada de gas, el flujo y el sellado de la trayectoria en este tipo de medio no se comprenden completamente y no está claro si la huella de las trayectorias que se abren y cierran podría perjudicar de manera permanente las características hidromecánicas de la barrera.

En cuanto al papel de las interfases entre los componentes del sistema de barreras de ingeniería y en particular de las juntas entre bloques de bentonita, investigaciones previas han mostrado que, una vez saturada la bentonita y selladas las juntas, éstas no constituyen un camino preferente para el paso de agua, por lo que la permeabilidad al agua de muestras saturadas de la misma densidad con o sin junta es la misma. Sin embargo, el papel de estas juntas “selladas” frente al transporte de gas no está claro.

Si el almacenamiento está construido en roca arcillosa, una vez que el gas generado alcance la interfase entre el material de sellado y la roca almacén, su transporte puede tener también lugar a través de ella mediante mecanismos similares a los descritos para la barrera saturada incorporando el efecto de la anisotropía y de la red natural de fracturación.

En esta Tesis se han realizado ensayos de laboratorio con bentonita encaminados a estudiar y cuantificar los procesos descritos en los párrafos anteriores. Se ha trabajado con dos tipos de bentonita, FEBEX y MX-80, y con arcilla Opalinus como representante de roca almacén. Aunque el gas potencialmente producido en el almacén será hidrógeno, el gas utilizado en los ensayos a temperatura ambiente ha sido nitrógeno, porque es un gas seguro, que garantiza la ausencia de reacciones químicas en los materiales de estudio y que la densidad del gas dependa únicamente de la presión de gas aplicada, en la mayor parte del rango de presiones utilizado.

6.1.2. Transporte de gas en bentonita no saturada

Para el estudio del transporte de gas en bentonita no saturada, que correspondería a las fases iniciales en la operación de una barrera de ingeniería, se han utilizado dos permeámetros, uno de carga variable y otro de carga fija, en los que se ha determinado la permeabilidad al gas de muestras de bentonita compactada a diferentes densidades y con distintos grados de saturación. Dadas las diferencias entre los dos tipos de permeámetro, las ecuaciones utilizadas para el cálculo de permeabilidad en un caso y otro han sido diferentes, ya que la variable medida en el primer caso es exclusivamente la disminución de presión en un depósito de entrada mientras que en el permeámetro de carga fija se dispone de medidas de presión y flujo. En cualquier caso, el valor obtenido en estos ensayos es la permeabilidad efectiva, $k_{rg} \cdot k_{ig}$, ya que se han llevado a cabo en muestras parcialmente saturadas usando gas como fluido. Aunque en un rango limitado, también se ha analizado el efecto de la presión de inyección de gas y de la presión confinante sobre la permeabilidad, así como las modificaciones que el transporte de gas puede tener sobre el estado y microestructura de la bentonita.

Se ha comprobado que en muestras parcialmente saturadas existe una dependencia lineal entre el flujo de gas y la diferencia de presión, lo cual indica que el mecanismo de transporte principal se puede explicar mediante el modelo de Darcy (para un fluido compresible). La permeabilidad efectiva disminuye conforme aumenta la densidad seca y el grado de saturación, hasta en cinco órdenes de magnitud para densidades secas entre 1,40 g/cm³ ($S_r \sim 25\%$) y 1,80 g/cm³ ($S_r = 97\%$ para la bentonita FEBEX y 98 % para la MX-80). Para grados de saturación superiores al 97%, no se ha registrado flujo de gas a través de la muestra.

Existe una buena correlación entre la porosidad accesible, $e(1-S_r)$, y la permeabilidad efectiva, siendo esta última inferior en la bentonita MX-80 por su granulometría más fina y homogénea. Sin embargo, ambas bentonitas presentan semejante permeabilidad al agua en muestras de igual densidad seca debido a la homogeneización de la porosidad durante el proceso de saturación.

Las condiciones de contorno (presión de inyección y presión confinante) no parecen tener efecto sobre la permeabilidad en los rangos de presión efectiva analizados, que han estado comprendidos principalmente entre 300 y 800 kPa. Solamente en las muestras con densidad seca más elevada ($\geq 1,78$ -1,80 g/cm³ en FEBEX y $\geq 1,64$ g/cm³ en MX-80) se ha observado cierta disminución de la permeabilidad al aumentar la presión confinante. Esto podría ser debido a que, en bentonita no saturada la disminución de volumen se acomoda mejor para densidades bajas. En todos los casos disminuiría el diámetro equivalente de paso, pero la disminución sería proporcionalmente mayor a mayor densidad. Puesto que la permeabilidad depende del cuadrado del diámetro, su reducción será proporcionalmente mayor, y más observable, a mayor densidad.

6.1.3. Transporte de gas en bentonita saturada

Para el estudio del transporte de gas en materiales saturados se ha diseñado un equipo específico. Previamente a los ensayos de transporte de gas, la bentonita compactada se ha saturado completamente en celdas cilíndricas de acero indeformables, de manera que el hinchamiento de la bentonita al saturar asegura un contacto impermeable entre la propia bentonita y las paredes de la celda (Fase 1). Una vez alcanzada la saturación, la muestra se somete por uno de sus extremos a presiones de gas progresivamente más altas, mediante la presurización de un depósito estanco conectado a uno de los extremos de la muestra (Fase 2). El extremo opuesto se conecta a un depósito similar, en el que se ha hecho previamente el vacío, que registra un aumento de presión una vez que se produce el paso de gas a través de la muestra. El momento en el que el gas atraviesa de forma repentina y notable el material saturado se denomina *breakthrough* y la presión necesaria se denomina presión de *breakthrough*, y en estos ensayos corresponde a la diferencia de presión entre los dos depósitos en el momento en que este paso se produce. En algunos ensayos ha sido posible distinguir claramente el valor de entrada de gas, que corresponde a la presión a partir de la cual el gas comienza a entrar en la muestra sin llegar a atravesarla completamente, manifestado por una pequeña disminución de presión en el depósito de entrada que no va acompañada de aumento de presión en el depósito de salida. Una vez que cesa el flujo de gas y las presiones en ambos depósitos se equilibran, alcanzándose lo que se denomina presión residual, se vuelve a forzar una diferencia de presión entre ambos depósitos (sin saturación previa, puesto que la muestra permanece en el mismo dispositivo experimental), para

comprobar la integridad del material tras haberse producido el *breakthrough*, que quedaría atestiguada por la necesidad de alcanzar un valor similar de diferencia de presión entre ambos depósitos para que se vuelva a producir el paso de gas.

Una vez conseguido el segundo episodio de *breakthrough* en una misma muestra (en algunos ensayos se han forzado hasta tres episodios), y por tanto completada la Fase 2 de los ensayos, la misma muestra se vuelve a saturar (Fase 3) antes de someterla a un nuevo episodio de *breakthrough* (Fase 4, similar a la Fase 2) para comprobar si la resaturación contribuye al sellado de los caminos preferentes abiertos en anteriores episodios de transporte súbito de gas.

Los incrementos de presión se han realizado en todos los casos cada 24 horas, por tanto, han sido rápidos, para tratar de evitar la contribución significativa de la difusión al transporte de gas.

Este mismo tipo de ensayos se ha realizado en muestras con junta, para comprobar la efectividad frente al transporte de gas del sellado entre juntas de bentonita que se produce durante la saturación.

El resultado fundamental de este tipo de ensayos, que se ha realizado para muestras de diferente densidad seca y tamaño, ha sido el valor de la presión de *breakthrough* y, en algunos casos, de la entrada de gas. Pero además, a partir de los cambios de presión en los depósitos de entrada y salida, y a través del tratamiento matemático de los datos y la aplicación de las ecuaciones que describen el transporte de la fase gaseosa en el modelo de flujo bifásico (a falta de una mejor aproximación), ha sido posible calcular valores de permeabilidad, de tipo tentativo al no cumplirse las condiciones ideales de aplicación. Entre otras estarían el incumplimiento de algunas de las condiciones exigidas para aplicar Darcy (flujo viscoso), pudiendo producirse un flujo de transición, incluso turbulento, justo tras el episodio de *breakthrough* o que se trate de un flujo en fractura (aplicación de una ley cúbica). Otro factor que limita la aplicación de este tipo de ecuaciones al cálculo de permeabilidad en estos ensayos es que el flujo no ocurre en toda la porosidad accesible de la muestra si no en trayectorias preferentes.

Los episodios de *breakthrough* se han dividido en función del tiempo de estabilización del flujo de gas una vez que se produce el paso de gas: (1) episodio instantáneo si el tiempo es menor de 30 minutos y, (2) episodio gradual si el tiempo es superior a una hora. Los episodios graduales corresponderían a tasas de flujo de gas pequeñas durante largos periodos de tiempo, asociadas a un número reducido de trayectorias estables en el tiempo. Sin embargo, los episodios instantáneos muestran una conexión más robusta permitiendo un flujo de gas más elevado y, por eso, temporalmente limitado. Buscando un significado físico a dichos procesos, los episodios instantáneos podrían explicarse a través de una apertura o ampliación de caminos más mecánica, algún tipo de micro-fracturación sin modificación del medio, es decir, sin desplazamiento de agua y sin dejar gas residual en la porosidad. Por contra, los episodios graduales podrían asemejarse al transporte de la fase gaseosa en un modelo de dilatación de trayectorias con modificación local del medio, siendo su cinética tan lenta, que hace que ciertas trayectorias permanezcan abiertas, por lo que en ocasiones las presiones de los dos depósitos se llegan a igualar. Otras veces el flujo cesa al

alcanzar la diferencia de presión entre los dos depósitos, valor correspondiente a la presión residual.

Los episodios instantáneos presentan tasas de flujo de gas elevadas, generadas por procesos que no responden al modelo clásico de flujo viscoso, sino que se pueden interpretar como un flujo de gas rápido en el que no se debilita la estructura de la bentonita y no queda gas residual atrapado, dando como resultados presiones residuales casi nulas. De hecho, cuando se fuerza sucesivamente el paso de gas, las presiones de *breakthrough* precedidas por episodios instantáneos suelen ser semejantes a sus predecesoras, lo que indica que el material mantiene perfectamente su integridad tras el paso súbito de gas, pudiendo explicarse como rotura frágil dentro del campo elástico de la bentonita. La tasa de flujo es tan elevada, que calcular una permeabilidad no tiene sentido físico.

Sin embargo, los episodios graduales producen una disminución en las presiones de *breakthrough* durante los sucesivos episodios y van asociados a presiones residuales no nulas que incrementan su valor conforme avanzan el número de episodios. Este hecho se supone causado por una fragilización hidromecánica de la muestra (desaturación parcial) y por el atrapamiento de burbujas de gas durante el transporte de gas, que debilita la muestra permitiendo una mayor conectividad desde un extremo a otro (mayor porosidad ya accedida), facilitando tanto la apertura (menor presión de *breakthrough*) como el cierre (mayor presión residual) del siguiente episodio. Aun así, las presiones necesarias para establecer un nuevo flujo de gas siguen siendo elevadas, lo que muestra la elevada capacidad de sellado de la bentonita tras producirse el paso de gas, incluso sin resaturación. Los episodios graduales son más frecuentes y nunca van seguidos por episodios instantáneos. Tras ellos se producen disminuciones en la humedad de las muestras, lo que indica que se ha producido desplazamiento de agua por la fase gaseosa (implicando un flujo bifásico macroscópico no claramente observado). En los casos en los que se produce una redistribución interna de agua sin disminución global de humedad, debe existir un flujo bifásico microscópico, no observable, capaz de generar las trayectorias de paso de gas. En los episodios graduales es posible un cálculo tentativo de la permeabilidad a partir de la ecuación que describe el transporte de la fase gaseosa en el modelo de flujo bifásico.

De las variaciones de humedad observadas (0,05-3,11 %) tras las fases de *breakthrough*, las menores estarían relacionadas con los procesos mecánicos de apertura (fracturación) y dilatación de trayectorias; mientras que las mayores estarían relacionadas con los procesos de desplazamiento de agua por la fase gaseosa (implicando un flujo bifásico descartado en estos materiales).

En los ensayos en que se ha podido medir el volumen de la muestra invadido por el gas previamente al episodio de *breakthrough*, estos valores han sido en torno al 2 % de la porosidad de la misma; valores semejantes a otros de la literatura para diversos materiales. Estos valores indican que el transporte de gas se realiza fundamentalmente a través de un reducido número de trayectorias.

En todos los casos las presiones de *breakthrough* determinadas son superiores a la presión de hinchamiento de la bentonita e inferiores a la presión de entrada de aire, y aumentan con la densidad seca de la muestra. El uso de una celda de pared ranurada ha permitido a la vez

confirmar que el paso de gas no se produce a lo largo de la interfase entre la pared de la celda y la muestra.

Los resultados obtenidos con respecto a las presiones de *breakthrough* han sido consistentes con las observaciones realizadas en estudios previos que han mostrado que la migración de gas a través de bentonitas compactadas está relacionada con la apertura y propagación de caminos preferentes de paso de gas.

Tras la resaturación de la bentonita (Fase 3 de los ensayos), las presiones de *breakthrough* necesarias para el transporte de gas son iguales e incluso superiores a las medidas tras la primera saturación, lo que indicaría que, tras el aporte de agua, los caminos preferentes de paso de gas se sellan perfectamente. Por lo tanto, las propiedades hidromecánicas de la bentonita se recuperan. El incremento observado en las presiones de *breakthrough* estaría asociado a una combinación de procesos, aumento de la densidad seca (consolidación de las muestras de menor densidad seca por la presión de inyección) e incremento de saturación, acoplados mediante la distribución de diversos tipos de agua en las muestras. Ambos procesos suponen cambios en la estructura porosa del material. La existencia de un flujo de gas hace que parte del agua en la macroporosidad existente pase a la microporosidad, por lo que la estructura evoluciona (se reduce la macroporosidad). En la nueva saturación, la macroporosidad restante genera de nuevo más microporosidad, lo que modifica de nuevo la estructura porosa reduciendo los tamaños y dificultando el paso de gas. Como resultado la presión de *breakthrough* aumenta.

La duda permanece en que si las presiones de *breakthrough* podrían ser inferiores si los escalones de presión aplicados se hubiesen mantenido durante más tiempo, en lugar de las 24 h fijadas en el procedimiento experimental seguido. De hecho, algunos autores han llegado a la conclusión de que las presiones de *breakthrough* dependen en parte del tiempo, requiriéndose presiones de gas más pequeñas si estas se mantienen durante largos periodos de tiempo.

En cuanto al efecto de las dimensiones de la muestra, se ha observado que, a mayor diámetro, la probabilidad de producir trayectorias para el paso de gas es mayor (proporcional a la superficie); mientras que a mayor altura, la probabilidad de generar dichas trayectorias es menor, por el menor gradiente de presión y por la tortuosidad de la estructura porosa del material (que depende, a su vez, de la densidad seca y del estado real de saturación). Por tanto, las presiones de *breakthrough* obtenidas tienden a ser mayores en muestras de mayor altura, especialmente si su densidad es elevada. De lo observado parece claro que el factor predominante es la longitud de la muestra y, con ella, la trayectoria real de paso de gas sea cual sea el proceso de generación.

Las curvas porosimétricas de las muestras sometidas al proceso de *breakthrough* presentan dos familias de poros bien diferenciadas, una dentro del rango de la macroporosidad y otra en el rango de la mesoporosidad, distribución habitual de la bentonita FEBEX. Sin embargo, en aquellas de mayor densidad seca ($>1,50 \text{ g/cm}^3$) se desarrolla una nueva familia en el rango de la macroporosidad de mayor tamaño. Las porosimetrías no distinguen entre poros y fracturas, por lo que los poros más grandes que aparecen podrían tratarse de microfracturas que, enlazadas, permiten el paso instantáneo de gas.

La permeabilidad efectiva en bentonita saturada es varios órdenes de magnitud inferior a su correspondiente en muestras no saturadas de la misma densidad seca que se discutió en el apartado anterior. Conforme el material aumenta su grado de saturación, el agua ocupa las interláminas (porosidad disponible) y se modifica la estructura porosa cerrándose la macroporosidad. El resultado es un menor número de trayectorias disponibles para el transporte de gas y, consecuentemente, una reducción de la permeabilidad.

En la bentonita completamente saturada utilizada en los ensayos de *breakthrough*, la permeabilidad efectiva calculada tras el *breakthrough* también disminuye conforme aumenta la densidad de las muestras y, por lo tanto, a pesar de que el transporte de gas tendría lugar a través de caminos preferentes, la matriz bentonítica y su propiedad de hinchamiento también condicionarían la facilidad o no del transporte de gas. De todas formas, en muestras saturadas, hay que tener en cuenta que las permeabilidades se calcularon asumiendo como principal mecanismo de transporte de gas el flujo bifásico, a falta de una mejor aproximación.

6.1.4. Papel de las interfases

Una vez saturadas, las muestras con juntas entre bloques de bentonita presentan las mismas características que muestras de la misma densidad seca sin junta, necesitando valores de presión de *breakthrough* semejantes y sellándose tras la caída del gradiente de presión por debajo de cierto valor (presión residual). No se observa un secado de las muestras tras los ensayos, por lo que la junta no supone un elemento de debilidad en el sistema. No parecen un camino preferente de paso de gas tras la homogeneización del material.

Por el contrario, las juntas granito/bentonita necesitan valores de presión de *breakthrough* mucho más bajos para que se establezca un flujo de gas. La presión de *breakthrough* es semejante a la inicial si se resatura la muestra pero, en caso contrario, la presión necesaria es mucho más baja. Podrían representar un camino preferente para el paso de gas en el almacenamiento, al menos, en las condiciones ensayadas.

6.1.5. Arcilla Opalinus

En este trabajo no ha sido posible medir flujos de gas significativos ya que la presión de inyección máxima permitida por el equipo experimental está por debajo de la presión de *breakthrough* de dicho material. Por tanto, la presión de *breakthrough* para este material sería superior a 18 MPa.

6.1.6. Transporte de gas en la barrera

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos, el transporte de gas en la barrera puede tener lugar mediante un modelo de flujo bifásico en muestras no saturadas (sin modificación de la estructura porosa) y, apertura y dilatación de trayectorias en estados saturados. El modelo de flujo bifásico tiene lugar para grados de saturación por debajo de 97-98 %, mientras que para grados de saturación superiores predomina el mecanismo de apertura y dilatación de caminos. El valor de presión de entrada de gas en la bentonita es superior a la presión de hinchamiento y parece ser inferior a la presión necesaria para fracturar macroscópicamente el material ya que las muestras se encontraban intactas tras su extracción de las celdas. La

estabilidad de las trayectorias depende del grado de saturación y la densidad seca de las muestras. En las muestras de bentonita parcialmente saturada, los caminos de paso de gas son estables en el tiempo y, por lo tanto, para un gradiente de presión concreto el flujo de gas es también estable. Sin embargo, en las muestras de bentonita completamente saturadas, en las cuales es necesario aplicar una presión de gas mucho más elevada para inducir el flujo de gas (presión de *breakthrough*), cuando el gradiente de presión cae por debajo de cierto valor (presión residual) el flujo cesa, lo que se interpreta como el cierre de caminos. En cuanto se vuelve a aumentar el gradiente de presión, y se vuelve a alcanzar el siguiente valor de presión de *breakthrough*, se reanuda el flujo de gas a través de la muestra. Este comportamiento cíclico puede ser interpretado como una apertura y cierre de los caminos preferentes de paso de gas previamente abiertos, controlados a su vez, por el valor de presión alcanzado. Aun así, la caída de la permeabilidad efectiva en muestras próximas a la completa saturación es de varios órdenes de magnitud con respecto a muestras no completamente saturadas de la misma densidad.

En el caso de que se produjera cierta desaturación de las muestras tras el flujo de gas, no supondría un problema porque en el almacén se producirá la rehidratación continua de la bentonita manteniendo las propiedades de la barrera constantes en el tiempo y, por lo tanto, los caminos abiertos durante un periodo de transporte de gas se sellarían con el aporte de agua exterior, por lo que esas trayectorias forzadas no permanecerían abiertas y no supondrían caminos preferenciales para el transporte de radionucleidos en el agua subterránea.

Las interfases existentes entre los bloques de bentonita no supondrán caminos preferentes de paso de gas una vez saturada la barrera de ingeniería, necesitando valores de presión de *breakthrough* elevados y semejantes a los esperados en bloques intactos. Sin embargo, en el contacto entre la barrera de ingeniería y la roca encajante compuesta de granito, se necesitarán presiones mucho más bajas para que se establezca un flujo de gas, por lo que podrían representar caminos preferentes de paso de gas. Es esperable que las presiones de gas máximas se localicen en el entorno del contenedor y se vayan disipando conforme se avance hacia la periferia, por lo que una vez llegue el gas a la interfase con la roca almacén, su transporte se producirá preferentemente a lo largo de esta interfase, con lo que el gas se evacuará fuera de las galerías y a través del material de relleno que cierra las galerías, cuya permeabilidad al gas es, por diseño del sistema de barreras, elevada. De esta forma se evitarán las sobrepresiones en el sistema de barreras una vez que el gas llegue a la interfase entre el material de sellado y la roca almacén. El transporte de gas a lo largo de esta interfase quedaría garantizado además, por la muy baja permeabilidad al gas tanto del granito como de la roca arcillosa, según se ha comprobado también en los ensayos realizados en esta tesis.

6.2. Nuevas aportaciones

En esta tesis se ha realizado una combinación de estudios que atañen a diferentes fases en la operación de la barrera, pero las aportaciones del trabajo son tanto de tipo experimental y metodológico como conceptual. Un resumen de las principales aportaciones se presenta a continuación:

- La metodología seguida ha consistido en una combinación de procedimientos experimentales que permiten el estudio de muestras de material de sellado tanto saturadas como no saturadas, y afectadas o no por interfases. Por tanto, atañen a diferentes fases en la operación de la barrera, así como a diferentes elementos y localizaciones espaciales del sistema de barreras de ingeniería (interfases entre los bloques que constituyen el material de sellado y entre el material de sellado y la roca almacén).
- Se han diseñado y puesto en marcha una serie de procedimientos experimentales capaces de provocar y medir flujos de gases tanto en muestras parcialmente saturadas como en muestras completamente saturadas simulando las condiciones de las barreras de ingeniería. Ambos procedimientos se han redactado como Procedimientos Técnicos que se han incluido en el sistema de calidad de CIEMAT.
- El ensayo de permeabilidad al gas, diseñado para el estudio del transporte de gas en muestras no saturadas en un permeámetro de carga fija, ha permitido medir flujos de gases modificando las condiciones de contorno de la muestra mediante la variación de las presiones de inyección, cola y confinamiento. A su vez, mediante los caudalímetros instalados a la entrada y salida de la celda ha sido posible monitorizar los flujos de entrada y salida de la muestra.
- Para muestras de arcillas expansivas completamente saturadas se ha diseñado y puesto en marcha un equipo que permite determinar la presión a partir de la cual se produce un flujo de gas a través de la muestra, denominada presión de *breakthrough*. Para ello, el equipo mide de forma continua la presión en dos depósitos de volumen conocido: uno de salida, donde se hace el vacío, y otro de entrada que se presuriza progresivamente. La diferencia de presión entre ambos depósitos en el momento que se registra un aumento de presión en el depósito de salida corresponde al episodio de *breakthrough*. A partir de las diferencias de presión en ambos depósitos una vez que se establece el flujo de gas, es posible también determinar la permeabilidad al gas aparente. Además, el conjunto de fases del que está compuesto el procedimiento del ensayo de *breakthrough* permite conocer la respuesta de las muestras ante un flujo de gas tras saturaciones consecutivas, aportando conocimiento sobre la influencia del proceso de saturación sobre los procesos involucrados en el transporte de gas.
- Se han establecido y mejorado los procedimientos de encapsulado o encamisado de las muestras en los ensayos de permeabilidad al gas y ensayos de *breakthrough* mediante la adaptación de los componentes de las celdas como, por ejemplo, los filtros.

- El diseño de programas informáticos específicos adaptados para cada uno de los ensayos, ha permitido la recogida, tratamiento y posterior análisis de los datos de interés de una manera más óptima en cuanto a tiempo, sencillez y claridad.
- Tanto los resultados experimentales como el uso de una celda con pared ranurada han permitido confirmar que, para el rango de densidades secas ensayadas ($\rho_d > 1,33 \text{ g/cm}^3$), el hinchamiento generado por la bentonita al saturarse garantiza que el paso de gas no tiene lugar a lo largo de la interfase entre la celda y la bentonita, sino a través de la estructura porosa de la muestra.
- La combinación entre las diferentes variables que pueden afectar al transporte de gas (grados de saturación, dimensiones de las muestras, densidades secas, humedad, etc.) ha servido para determinar aquellas que más peso tienen como, por ejemplo, la densidad seca y humedad, en los procesos involucrados en dicho transporte.
- El estudio de las interfases entre bloques de bentonita ha ayudado a mejorar el conocimiento sobre su respuesta ante el transporte de gas dando como resultado un comportamiento semejante a las zonas internas de los bloques. Por lo tanto, estas no supondrán un camino preferente para el paso de gas una vez saturada la barrera.
- Se ha realizado una estimación aproximada de permeabilidades en materiales saturados (teniendo en cuenta sus limitaciones de aplicación). Para ello se ha implementado el uso de ecuaciones de ajuste como elemento de filtrado de artefactos experimentales y suavizado de las series temporales de los valores registrados de presión ya que el tratamiento matemático, numérico o analítico, de las series obtenidas genera resultados más precisos.
- Se han evaluado los cambios estructurales producidos por el transporte de gas en muestras completamente saturadas mediante el análisis porosimétrico tras los ensayos de *breakthrough* dando como resultado la aparición de una familia de poros que podría estar asociada a una fracturación producida por el transporte de gas.

6.3. Perspectivas de futuro

Son numerosos los trabajos que quedan pendientes para mejorar el conocimiento sobre el transporte de gas a través de materiales de ingeniería y barrera dentro del contexto de un AGP. Sin embargo, algunos de ellos merecen ser considerados a la luz de los resultados obtenidos en esta tesis. A continuación, se señalan dichos trabajos:

- Analizar el efecto de presiones confinante mayores a las utilizadas y, por tanto, más semejantes a las esperables en la barrera, que serán del orden del valor de la presión de hinchamiento, sobre la permeabilidad al gas de muestras parcialmente saturadas. El presente trabajo ha mostrado que este efecto sería mayor en muestras de mayor densidad, lo que puede parecer sorprendente. Por tanto, habría que confirmar estas observaciones preliminares y darles una explicación, a lo que puede ayudar el análisis de las modificaciones microestructurales de las muestras.
- Analizar la influencia de la pauta de aumento de presión sobre la presión de *breakthrough* alcanzada en muestras de características semejantes. Los ensayos realizados han utilizado una pauta rápida de subida de presiones, lo que correspondería a un análisis conservador de la situación del almacenamiento, ya que en el almacén el aumento de presión de gas se producirá de manera lenta. El uso de ritmos más lentos de subida de presión permitiría la determinación de presiones de *breakthrough* más realistas.
- Determinar la continuidad de las trayectorias de paso de gas a través de la muestra cambiando el sentido de inyección de gas durante el ensayo de *breakthrough* (antes de la resaturación) para ver si los caminos establecidos tras el primer episodio son también caminos preferentes en sentido contrario.
- Analizar el efecto de las dimensiones de la muestra, en particular su longitud, en los valores de presión de *breakthrough* determinados. Los resultados de la tesis apuntan a una relación inversa entre la longitud de la muestra y la presión de *breakthrough*, y esto sería un efecto a confirmar para establecer la representatividad de los valores determinados, ya que los espesores de la barrera de bentonita son mucho mayores que la longitud de las muestras utilizadas en los ensayos.
- Comprobar la influencia de la presencia de iones en la resistencia de la muestra al paso de gas y su transporte a través de ella, para lo que habría que realizar los ensayos en muestras saturadas con agua salina.
- Realizar ensayos de *breakthrough* en muestras de bentonita MX-80 saturadas de semejantes características a las muestras de bentonita FEBEX ya ensayadas para determinar las diferencias y similitudes en las presiones de *breakthrough* alcanzadas y los procesos de transporte de gas.
- Realizar estudios microestructurales complementarios para observar las modificaciones causadas por el paso de gas en el sistema de poros de la arcilla mediante técnicas de imagen novedosas (microscopía electrónica, tomografía computarizada de alta resolución, inyección de nanopartículas, etc.), lo que

permitiría comprobar las hipótesis establecidas sobre los procesos de transporte de gas.

- En la arcilla Opalinus, y dadas las limitaciones experimentales, no ha sido posible medir flujos de gas, sino sólo confirmar valores mínimos de presión de *breakthrough*. Por tanto, sería necesario diseñar procedimientos experimentales que permitiesen el transporte de gas en este material, y comprobar además el efecto de los planos de estratificación sobre él y la modificación de las propiedades de transporte de gas tras la resaturación.
- La evolución del equipamiento experimental utilizado ha demostrado la posibilidad de simplificarlo: (1) reduciendo el número de dispositivos asociados a la línea de medida y la complejidad del sistema informático necesario para su control y registro, (2) aumentando la facilidad y la seguridad en su utilización y, (3) disminuyendo el coste asociado a su desarrollo y uso. Se abre así la posibilidad de definir ensayos específicos de coste reducido para cada tipo de material o condiciones.

Con todo ello se pretende ampliar el conocimiento sobre la importancia de otras variables que puedan intervenir en un almacén geológico profundo como, por ejemplo, la naturaleza del agua intersticial, la presencia de la presión litostática, etc. y dar explicaciones más claras a algunos de los procesos observados y confirmar las hipótesis planteadas.

Chapter 6. Conclusions

This chapter tries to answer the questions set out in the first chapter and to expose future research lines arisen during this work.

Section **6.1** sums up the performed work and the main **conclusions** drawn after discussing the obtained results.

Section **6.2** describes how this work **contributes** to the understanding of gas transport in barrier materials.

Section **6.3** describes **future research** envisaged to continue this work.

6.1. Outline and conclusions

This chapter briefly presents theoretical considerations on which this work has been based. In addition, it describes the experimental procedures applied to test different materials. Next it is outlined, from all the aspects addressed in this Thesis, those relevant for the safety of deep geological repositories, paying special attention to clay barrier performance.

This Thesis has been developed in the framework of the FORGE project, which included the study of gas transport in different barrier materials (FEBEX and MX-80 bentonites) and granite and clay (Opalinus clay) host rocks. Many of the results have been presented in conferences and published in scientific peer-review papers and technical reports.

6.1.1. Theoretical considerations

In a radioactive waste repository, gas generation will overlap with the saturation of the clay barrier. During this period, the partially saturated barrier may allow gas flow due to the high permeability of unsaturated bentonite, avoiding gas overpressure building up. Advective flow through interconnected pores is generally accepted as the most efficient mechanism for the gas transport inside a porous material. In natural materials the configuration of the pore system is highly dynamic, suffering important changes whenever it is subjected to consolidation and/or humectation processes. Therefore, gas flow will be affected by characteristics of the porous media like dry density (compactation), suction (degree of saturation), confining pressure (consolidation), gas injection pressure, type of material, etc. In the case of the engineer barriers, gas transport could take place mainly through preferential pathways, like the joints between compacted bentonite blocks, interfaces between different components or along the interface between host rock and buffer material.

Simultaneously there will be a diffusive flow of the gas dissolved in the bentonite porous water, although this process will be much lower than the rate of gas generation. Therefore, the gas pressure around the canister will increase as the saturation of the barrier makes it less permeable. After the complete saturation of the barrier, gas generated will increase up to a locally defined threshold or breakthrough pressure, from which gas flow will take place through temporary pathways. Before this moment dissolved gas transport will only occur as a phase dissolved in water. Once breakthrough pressure is reached, preferential pathways will be created. The size of these pathways would depend on gas local pressure and structural clay restrictions. These pathways would close once gas pressure decrease below a certain value, known as residual pressure. Meanwhile, gas pressure will increase again at the interface up to a new threshold pressure. Therefore, the gas generated will be transported outwards in a cyclic manner, regulated by the opening and closure of pathways, which will depend on the pressure reached.

The precise mechanisms which control the gas entrance, gas flow and pathway sealing in this kind of media are not completely understood and it is unclear whether the pathways footprint that are opened and closed would damage permanently the hydromechanical characteristics of the barrier.

Previous investigations have shown that once the bentonite barrier is saturated and the interfaces inside it are sealed, these joints are not preferential pathways for the water flow, that is why the water permeability of saturated samples of the same density with or without joints is similar. However, it is not completely clear the function of these “sealed” joints in gas transport.

If the repository is built in a clay host rock, once the generated gas reaches the interface between the sealing material and the host rock, it can be transported through this interface by similar mechanisms to those described for the saturated barrier, affected by the anisotropy effects and the natural fracture network characteristics.

In this Thesis laboratory tests with bentonite intended to study and quantify the processes described above were performed. Two types of bentonite, FEBEX and MX-80, and Opalinus clay, as a host rock representative, were used. Although hydrogen is the potentially produced gas in the repository, nitrogen at room temperature was used, because it is a secure gas, which guarantees the absence of chemical reactions in the studied materials and its density only depends on the applied pressure, in almost all the used pressure range.

6.1.2. Gas transport in unsaturated bentonite

In order to study gas transport in unsaturated bentonite, which corresponds to the initial stages of an engineering barrier operation, two different setups have been used, with unsteady-state and steady-state permeameters respectively, in which gas permeability in compacted bentonite samples at several densities and saturation degrees was determined. For each type of permeameter a different equation is used to compute permeability, given the measured variable, pressure decrease in an upstream tank in the first case and pressure and flow measurements in the second one. In any case, the parameter obtained in these tests is the effective permeability, $k_{rg} \cdot k_{ig}$, given that partially saturated samples were used. Although not systematically, the effect of gas injection and confining pressure on the state and microstructure of the bentonite were also analysed.

It was checked that in partially saturated samples the gas flow and the pressure difference between the sample ends show a lineal relationship, which indicates that the main transport mechanism can be explained by the Darcy model for a compressible fluid. Effective permeability decreases up to five orders of magnitude as dry density and saturation degree increase, for dry densities in the range between 1.40 g/cm³ ($S_r \sim 25\%$) and 1.80 g/cm³ ($S_r = 97\%$ for FEBEX bentonite and 98 % for MX-80). For a degree of saturation higher than 97%, no gas flow through the sample could be recorded.

It was found that the accessible porosity, $e (1 - S_r)$, is mainly related to effective permeability, the latter being lower in MX-80 bentonite due to its fine and homogenous granulometry. Nevertheless, both bentonites show similar water permeability in equal dry density samples on account of the porosity homogenization during the saturation process.

Boundary conditions (injection and confining pressure) do not seem to have any effect on permeability in the effective pressure range analysed (300 to 800 kPa). Only in the highest dry density samples (≥ 1.78 -1.80 g/cm³ in FEBEX and ≥ 1.64 g/cm³ in MX-80) have shown a permeability decrease whenever the confining pressure was increased. This effect can be due to the better volume accommodation for low density unsaturated bentonite: the

equivalent passage diameter decreases in all cases with the increase in confining pressure, but this decrease is proportionally higher for the higher density samples, in which the size of the channels was initially very small. Given that permeability is a function of the square of the diameter, its decrease is proportionally higher, and more visible, at high densities.

6.1.3. Gas transport in saturated bentonite

In order to study gas transport in saturated materials specific equipment was designed. Prior to the gas transport tests, compacted bentonite was completely saturated in non-deformable steel cylindrical cells and the swelling of the bentonite was considered enough to guarantee that gas did not flow between the bentonite and the cell walls (Stage 1). Once saturation was achieved, the samples were subjected to progressively higher pressures at one of their ends, using an airtight upstream cylinder (Stage 2). The opposite end was connected to a similar vacuum sealed cylinder, which recorded a pressure increase after gas broke through the sample. The moment gas suddenly crosses the saturated material is called “breakthrough” and “breakthrough pressure” is the necessary pressure to achieve this, which equals the pressure difference between both cylinders at that moment. It was possible in some tests to measure the pressure value at which gas began to go through the sample without totally crossing it, indicated by a small pressure decrease in the upstream cylinder without any pressure increase in the downstream cylinder. Once gas flow stopped and the pressure values in both cylinders were balanced, reaching what is called residual pressure, a pressure difference was applied again between both cylinders (without prior saturation, because the samples remained in the same setup), in order to check material integrity after breakthrough, which would be proved if the same pressure difference was needed for the gas to cross again the sample.

Once a second breakthrough was achieved (in some tests a third one was forced) Stage 2 was completed and Stage 3 took place, in which samples were again saturated. In Stage 4, similar to Stage 2, samples went again through a breakthrough episode, in order to check whether resaturation contributes to the sealing of preferential pathways opened in previous breakthrough episodes.

Pressure was increased every 24 hours in all cases, keeping this period short enough to avoid a significant contribution of diffusion to gas transport.

The same kind of tests were performed in samples with a joint, in order to check how effectively joints between bentonite blocks are sealed during the saturation process.

These type of tests, performed in samples of several dry densities and sizes, have given as main results breakthrough pressure values and, in some cases, pressure values for gas entrance. In addition, the measurement of the pressure changes over time in both upstream and downstream cylinders were used to compute tentative permeability values using the two-phase flow model equations for gas transport. These values are just an approximation because some of the required conditions to apply these equations were not completely fulfilled, like the ones required to apply Darcy’s law (because a transitory or even a turbulent flow can take place after the breakthrough episode). Another factor that restricts the applicability of these equations to compute permeability in these tests is that flow does not make use of all the accessible porosity of the sample but only preferential pathways.

Breakthrough episodes have been divided as a function of gas flow stabilisation time once the gas crossed the sample: (1) instantaneous episode when this time was shorter than 30 minutes and, (2) gradual episode when this time was longer than one hour. Gradual episodes correspond to small gas flow rates during long time periods, related to a limited number of stable pathways. However, instantaneous episodes reveal more robust connections, allowing larger gas flow but, consequently, during a shorter period of time. When instantaneous episodes take place, pathways are opened in a more mechanical way like micro-fracturing without modification of the media, i. e. without water displacement and leaving no residual gas in the pores. On the other hand, gradual episodes would correspond to gas transport through pathway dilation with modification of the local media and a slow kinetics, some pathways remaining open and allowing the equalisation of the pressure in both cylinders. In other cases, flow stopped once the pressure difference between the two cylinders reached the residual pressure value.

Instantaneous episodes show high gas flow rates, generated by processes that do not correspond to the classic viscous model, but to a fast gas flow where bentonite structure is not damaged and no residual gas is trapped, resulting in residual pressures close to zero. In fact, whenever a breakthrough is forced after such instantaneous episodes, the new value of the breakthrough pressure is similar to the last one, which would indicate that the media kept its integrity after the gas suddenly crossed the sample and can be explained as a fragile failure inside the bentonite elastic field. In those cases, the flow rate is so high, that computing permeability from it has no physical meaning.

By contrast, gradual episodes lead to a decrease in the breakthrough pressure over successive episodes and are related to not null residual pressures that increase its value as the number of episodes increases. This is caused by the progressive hydromechanical weakening of the sample (partial desaturation) and the trapping of gas bubbles during gas transport, which allows a better connectivity from one end to the other. These processes make easier both the opening (lower breakthrough pressure) and closure (higher residual pressure) of the next episode. Nonetheless, the pressure needed to establish again gas flow is still high, which shows how effectively bentonite seals after gas goes through it, even with no resaturation. Gradual episodes were more frequent and were never followed by instantaneous ones. After them, the water content of the samples decreased, which indicates that the gas phase displaced water (implying macroscopic two-phase flow not clearly observed). In the cases where internal water redistribution with no global water content decrease happened, non-noticeable microscopic two-phase flow, capable of creating gas pathways must have taken place. In gradual episodes it was possible to tentatively compute permeability from the two-phase model equation of the gas transport.

The water content variations observed after breakthrough stages were between 0.05-3.11 %. Lower ones would be related with mechanical opening processes (fracturing) and pathway dilation, whereas higher ones would be associated with displacement of water by the gas (implying a two-phase flow, which is quite uncommon in this kind of materials).

It was possible in some tests to measure the sample volume invaded by gas before a breakthrough episode, taking values around 2% of the sample porosity, which agree with the ones found in the literature for other materials. These values would indicate that gas transport takes place through a reduced number of pathways.

In all cases the computed breakthrough pressures were higher than the bentonite swelling pressures and lower than the air entry pressures, and they increased with the samples dry density. By using testing cells with grooved walls, it was confirmed that gas transport did not occur along the interface between the sample and the cell wall.

Breakthrough pressure values obtained agree with previous studies where gas migration in compacted bentonite is related with preferential pathways opening.

After bentonite resaturation (Stage 3), the breakthrough pressures needed for gas transport were equal or even higher than the ones measured after the first saturation, which indicates that, after resaturation, the preferential pathways were completely sealed and the bentonite hydromechanical properties recovered. The increase in breakthrough pressures after resaturation was probably related with a dry density increase (low dry density samples consolidated during resaturation by injection pressure) along with an increase in the degree of saturation of the samples, both processes implying changes in the material porous structure and pore water distribution. Gas flow would transfer part of the water inside the macropores into the micropores, which would reduce macroporosity. After resaturation some of the remaining macropores evolve to microporosity which makes gas transport more difficult, the breakthrough pressure increasing as a result.

Doubt remains as to whether these breakthrough values would have been lower if the same pressure gradient steps had been kept for longer than 24 hour periods. Indeed, some authors state that breakthrough in compacted bentonite is partly time-dependent, long duration requiring lower pressures.

Regarding the effect of sample size, it was observed that the larger the diameter, the higher the pathway creation probability (proportional to surface), whereas the longer the sample height, the lower the probability of gas pathways aperture, because of the lower pressure gradient and the porous structure tortuosity (which in turn depends on dry density and saturation state). Therefore, breakthrough pressures tended to be higher in long samples, especially if their density was high. It seems clear that the prevailing factor affecting breakthrough pressure is the sample height, since it conditions the actual gas pathway, whatever the generation process is.

Porosimetry curves of samples subjected to breakthrough processes show two different families in the macroporosity and mesoporosity ranges respectively, as it is common in compacted FEBEX bentonite. However, in those samples with higher dry density ($>1.5 \text{ g/cm}^3$), a new family appears in the macroporosity high end. Porosimetries does not distinguish between pores and fractures, so bigger pores could be connected microfractures which allow instantaneous gas flow.

The effective permeabilities tentatively computed for saturated bentonite were several orders of magnitude lower than their counterpart in unsaturated samples of the same porosity. As the saturation of bentonite increases, water gets into the interlayers (available porosity) and the macroporosity is invaded, whereby the porous structure is modified. The result is a lower number of available pathways for gas transport and, accordingly, a permeability decrease.

In the completely saturated bentonite used in the breakthrough tests, the effective permeability computed after breakthrough decreased as the sample density was higher and, therefore, although gas transport would take place through preferential pathways, the bentonite matrix and its swelling would also determine how easily gas is transported. Anyway, it has to be taken into account that the permeabilities for saturated samples were computed assuming the two-phase model as the main gas transport mechanism, owing to lack of a better approximation.

6.1.4. Interfaces function

Once saturated, the samples with an interface between bentonite blocks behaved as samples of the same dry density with no interface. Hence, a sealed interface along the bentonite had no effect on the breakthrough pressure values. After the pressure gradient dropped below a certain value (residual pressure), the interface sealed again. Joints do not seem to be weakness points in the system since samples did not get dryer after the tests. Therefore, they do not seem to constitute preferential pathways after material homogenization.

By contrast, saturated granite/bentonite interfaces needed much lower breakthrough pressure values for gas flow to take place along them. The breakthrough pressure after resaturation of these samples was similar to the initial one. However, if the sample was not resaturated after breakthrough, the pressure needed for new gas flow in subsequent breakthrough stages was substantially lower. Therefore, these interfaces could be preferential pathways for gas transport in the repository, at least under the tested conditions.

6.1.5. Opalinus clay

These tests showed that the breakthrough pressure in the sense perpendicular to bedding was generally higher than 18 MPa (effective pressure of 11.5 MPa), although in a few instances flow occurred for lower pressures.

6.1.6. Gas transport through the barrier

Taking into account the results obtained, it could be said that gas migration would involve both two-phase flow and microscopic pathway dilation for unsaturated and saturated samples respectively. Two-phase flow seemed to take place for degrees of saturation lower than about 97 % in compacted bentonite, whereas, for higher degrees of saturation pathway dilation could be the predominant mechanism. The threshold pressure for gas entry into the bentonite was higher than the swelling pressure and seemed to be lower than the gas pressure required for fracturing (macroscopically) the material, since the samples were intact when the cells were dismantled. The stability of the pathways would depend on the degree of saturation and dry density of the samples. For partially saturated bentonite, the gas pathways seemed to be stable, since for a given hydraulic gradient there was a stable flow. However, in almost completely saturated samples of bentonite, in which it was necessary to apply a high pressure to induce flow (breakthrough pressure), when the pressure gradient dropped below a given value (residual pressure) the flow stopped, what is interpreted as the closing of the pathways. Upon again increasing the pressure gradient, and once the previous breakthrough pressure was reached, flow resumed. This can be

interpreted as being due to the reversibility of the closing-opening of paths previously opened. Nevertheless, the drop in effective gas permeability when approaching full saturation is of several orders of magnitude.

In a repository, if some desaturation of the samples occurred after gas flow, this would not impact the overall barrier performance, since there would be a continuous rehydration of bentonite, that would keep the barrier properties constant and, therefore, the pathways opened during gas transport would seal with the incoming water, avoiding radionuclides transport into the underground water through these pathways.

It seems that the interfaces between bentonite blocks will not be preferential pathways for gas transport once the engineering barrier is saturated, and the breakthrough pressure values needed for gas flow along them would be similar to the ones expected in unaltered blocks. However, the contact between the engineering barrier and the granite host rock could become a preferential pathway as much lower pressures are needed for gas transport along them. It is expected that the maximum gas pressure builds up around the container and once gas arrives at the interface with the host rock it will flow through this interface into the backfill material that closes the galleries, whose gas permeability is high by the barrier system design. In this way overpressure will be avoided when gas arrives to the interface between the buffer material and the host rock. Gas transport along this interface would be also guaranteed by the very low permeability values of both granite and clay host rocks, as has been checked in the tests performed in this Thesis.

6.2. New contributions

Several studies related with different phases in the DGR barrier operation phases have been carried out, drawing conclusions from both methodological and theoretical points of view. A summary of the main contributions of this Thesis is listed below.

- Various setups have been developed in order to study both saturated and unsaturated samples of buffer material along with the effect of possible interfaces present in this material. Therefore, they concern different stages in barrier operation and different elements and locations of the engineering barrier system (interfaces between buffer material blocks and between buffer material and host rock).
- A number of experimental procedures have been designed in order to measure gas flows in both partially and completely saturated samples simulating engineering barrier conditions. These procedures have been described in detail and included in the CIEMAT quality system.
- The gas permeability setup designed to study gas transport in unsaturated samples in a steady-state permeameter, allowed to change sample boundary conditions by changing upstream, downstream and confining pressures. At the same time, it was possible to monitor both upstream and downstream flows using flowmeters installed at both ends of the sample.
- Specific equipment was implemented in order to measure breakthrough pressures in completely saturated expanded clay samples. This equipment allows a continuous record of the pressure of an upstream cylinder subjected to pressure increases and a vacuum sealed downstream cylinder. The pressure difference between both cylinders when there is a sudden pressure increase in the downstream cylinder corresponds to the breakthrough pressure. Once gas flow is established it is also possible to compute apparent gas permeability. In addition, the different stages of the procedure follow allow to investigate the behaviour of samples subjected to gas flow after consecutive resaturation, providing information about saturation influence over gas transport processes.
- Sample encapsulation procedures have been established and improved in the gas permeability and breakthrough setups by the adaptation of cell components, such as filters.
- Specific software for each test has been developed in order to allow recording, processing and analysing the data in a faster, clearer and simpler way.
- Both the experimental results and the use of cells with grooved walls have confirmed that, for the dry density range used in the tests ($\rho_d > 1,33 \text{ g/cm}^3$), the bentonite swelling during saturation guarantees that gas flow does not occur along the cell/bentonite interface but through the sample porous structure.

- The study of the variables that can affect gas transport (degree of saturation, sample size, dry density, water content, etc.) has shown which ones are the most significative in these processes like dry density and humidity.
- The study of interfaces between bentonite blocks has improved our knowledge about their behaviour during gas transport, confirming that they have no influence on the gas flow and that they will not be a preferential pathway for gas transport once the barrier is saturated.
- An approximated estimation of the permeability of the saturated material has been performed (noticing the limits of the applied method). For that, regression analysis was used in order to screen out experimental artefacts and smoothing time series, obtaining in that way more reliable results.
- The evaluation of the structural changes in completely saturated samples after breakthrough tests was performed by porosimetry analysis: a family of large pores that could be related with a fracture produced by gas transport appeared after breakthrough.

6.3. Future prospects

There are still many possible studies to be done in order to completely understand gas transport through engineering and barrier material in the framework of a DGR. Some of these studies deserve to be taken into account in the light of the results obtained in this Thesis. These proposed new studies are listed below.

- Analyse the effect of confining pressures higher than the ones used (and similar to the ones expected in the barrier) on the gas permeability of partially saturated samples. This work has shown that this effect would be larger in samples of higher densities, which could seem shocking. Therefore, it would be worthwhile to confirm these preliminary observations and find an explanation of this effect. Microstructural modification analysis can help to study this issue.
- Analyse the influence of the pressure increase pattern on the breakthrough pressure. The tests performed have used a fast pattern, which is a conservative analysis of the repository, given that gas pressure build up in the repository would be slow. Slow rates of pressure increase will result in more realistic breakthrough pressure values.
- Determine continuity of gas pathways through the sample switching the direction of gas injection during breakthrough tests (before resaturation), in order to see whether the pathways established after the first breakthrough episode are also preferential pathways in the opposite direction.
- Analyse the effect of sample size, specifically length, in breakthrough pressure values. The results obtained in this Thesis point to an inverse relation between sample length and breakthrough pressure, and this will be an effect pending to be confirmed in order to corroborate the representability of the tests performed, given that the bentonite barrier thickness is much larger than the length of the samples used.
- Check the influence of ions in the sample resistance to gas flow through it by using samples saturated with salt water.
- Perform breakthrough tests in saturated MX-80 bentonite samples of similar characteristics to the FEBEX bentonite ones tested in order to determine differences and similarities in breakthrough pressures and gas transport processes.
- Perform complementary microstructural studies with novel techniques (electronic microscopy, high resolution computerized tomography, nanoparticles injection, etc.) in order to study porous system modifications by the gas flow through the porous system. This could allow to check the usual hypothesis about gas transport processes.
- It has not been possible to measure gas flow in Opalinus clay, due to experimental limitations. It was only possible to determine minimum breakthrough pressure values. Therefore, it would be necessary to design experimental procedures to study

gas transport in this material and also to check the effect of stratification planes over it and the modification of gas transport properties after resaturation.

- The experimental setups have been modified over time towards more straightforward configurations: (1) reducing the number of devices associated to the measurement chain and the hardware and software complexity for recording and monitoring, (2) increasing their simplicity and security and, (3) decreasing costs related to development and use.

All these future research tries to increase the knowledge about other variables that can intervene in a deep geologic repository such as, for instance, interstitial water properties, lithostatic pressure effect, etc., and provide clearer explanations to some of the processes observed and confirm the hypothesis assumed.

Bibliografía

A

- ANDRA (2005). Dossier 2005 argile – Tome – *Architecture et gestion du stockage géologique* – Rapport ANDRA n° C RP ADP 04-0001.
- Astudillo, J. (2001). *El almacenamiento geológico profundo de los residuos radiactivos de alta actividad. Principios básicos y tecnología*. Madrid (España): Empresa Nacional de Residuos Radiactivos, S.A.
- Aziz, K. y Settari, A. (1979). *Petroleum reservoir simulation*. London: Applied Science Publishers LTD.

B

- Bear, J. (1972). *Dynamic of Fluids in Porous Media*. New York: Dover Publications, Inc.
- Bossart, P. y Wermeille, S. (1999). Geological Overview. En M. Thury y P. Bossart (Eds.), *Mont Terri Rock Laboratory. Results of the Hydrogeological, Geochemical and Geotechnical Experiments Performed in 1996 and 1997*. Report Nr. 23. Swiss Hydrological and Geological Survey, Bern, 191 p.
- Bossart P. y Thury, M. (2008). Introduction. En P. Bossart y M. Thury (Eds.), *Mont Terri Rock Laboratory. Project, Programme 1996 to 2007 and Results*. Report No. 3. Swiss Geological Survey, Wabern, 194 p.
- Bucur, C., Diaconul, C. y Constantin, A. (2014). INR results on gas migration through Romanian bentonite. En P. Sellin (Ed.), *Experiments and modelling on the behavior of EBS*. FORGE Report D3.38, 426 p.

C

- Cases, J.M., Bérend, I., Besson, G., François, M., Uriot, J.P., Thomas, F. y Poirier, J.E. (1992). Mechanism of adsorption and desorption of water-vapor by homoionic montmorillonite. 1. The sodium-exchanged form. *Langmuir*, **8** (11), 2730-2739.
- Cases, J.M., Bérend, I., François, M., Uriot, J.P., Michot, L.J. y Thomas, F. (1997). Mechanism of adsorption and desorption of water-vapor by homoionic montmorillonite. 1. The Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} exchange forms. *Clays Clay Miner.*, **45** (1), 8-22.

- Chapman, N. y McCombie, C. (2003). *Principles and Standards for the Disposal of Long-Lived Radioactive Wastes: Waste Management Series, Volume 3*. Amsterdam: Elsevier.
- Cox, I.C.S. y Rodwell, W.R. (1989). *Post-closure resaturation of a deep radioactive waste repository*. AEE Winfrith, UKAEA, NSS/R141, 27 p.
- Corey, A.T. (1957). Measurement of water and air permeability in unsaturated soil. *Soil Science Society of America*, **21** (1), 7-10.
- Crank, J. (1975). *The mathematics of diffusion*. London: 2nd Oxford University Press.
- Cuss R., Harrington, J., Giot, R. y Auvray, C. (2015). Experimental observations of mechanical dilation at the onset of gas flow in Callovo-Oxfordian claystone. En S. Norris, J. Bruno, M. Cathelineau, P. Delage, C. Fairhurst, E.C. Gaucher, E.H. Höhn, A. Kalinichev, P. Lalieux y P. Sellin (Eds.), *Clays in Natural and Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement*. Geological Society, London, Special Publications, **400**, 507-519.

D

- Darcy, H. (1856). *Les Fontaines Publiques de la Ville de Dijon* [The Public Fountains of the City of Dijon]. Dalmont, Paris.
- Davies, P. (1991). Evaluation of the role of threshold pressure in controlling flow of waste-generated gas into bedded salt at the Waste Isolation Pilot Plant. SANDIA Reports, SAN90-3246 UC-721.
- Delage, P. (1993). Experimental techniques. En *Unsaturated soils-Recent developments and applications*. CEEC Curso, Barcelona, junio 15-17.
- Delage, P., Marcial, D., Cui, Y.J. y Ruiz, X. (2006). Ageing effects in a compacted bentonite: a microstructure approach. *Géotechnique*, **56**, n° 5, 291-304.
- Dridi, W., Gatabin, C. y Guillot, W. (2012). Etude des transferts de gaz dans la bentonite FT BENTOGAZ. Rapport d'avancement DPC/SECR/NT/2012/047 indice A. CEA/ANDRA, Saclay, 26 p.
- Dullien, F.A.L. (1979). *Porous Media: Fluid Transport and Pore Structure*. New York: Academic Press.
- Duppenbecker, S.J., Dohmen, L. y Welte, D.H. (1991). Numerical modelling of petroleum expulsion in two areas of the Lower Saxony Basin, Northern Germany. En W.A. England y A.J. Fleet (Eds.), *Petroleum Migration*. Geological Society, London, Special Publication, **59**, 47-64.

E

- Edlefsen, N.E. y Anderson, A.B.C. (1943). Thermodynamics of soil moisture. *Hilgardia*, **15** (2), 31-298.
- ENRESA (2000). *FEDEX Project. Full-scale Engineered Barriers Experiment for a Deep Geological Repository for High Level Radioactive Waste in Crystalline Host Rock*. Final Report, 1/2000. ENRESA, Madrid, 354 p.
- ENRESA (2006). *Full-scale engineered barriers experiment. Updated Final Report 1994-2004*. Publicación Técnica 05-0/2006. ENRESA, Madrid, 590 p.

F

- Faber, J. y Fawcett, T. (2002). The Powder Diffraction File: present and future. *Acta Crystallographica*, **B58**, 325-332.
- Ferrage, E., Lanson, B., Sakharov, B.A. y Drits, V.A. (2005). Investigation of smectite hydration properties by modeling experimental X-ray diffraction patterns: Part I. Montmorillonite hydration properties. *American Mineralogist*, vol. **90**, 1358-1374.
- Fick, A. (1855). On liquid diffusion. *Phil. Mag. And Jour. Sci.*, **10**, 31-39.
- Francis, A. J. (2013). Microbial transformations of radioactive wastes: Implications on gas generation and radionuclide speciation. En R.P. Shaw (Ed.), *Gas Generation and Migration, International Symposium and Workshop, 5th to 7th February 2013* (pp. 38-41). Luxembourg: NEA.
- Fredlund, D.G. y Rahardjo, H. (1993). *Soil Mechanics for Unsaturated Soils*. New York: John Wiley & Sons, Inc.

G

- Gallé, C. y Tanai, K. (1998). Evaluation of gas transport properties of backfill materials for waste disposal: H₂ migration experiments in compacted Fo-Ca clay. *Clays and Clay Minerals*, vol. 46, **5**, 498-508.
- Gallé, C. (2000). Gas breakthrough pressure in compacted Fo-Ca clay and interfacial gas overpressure in waste disposal context. *Applied Clay Science*, **17**, 85-97.
- Gens, A. y Alonso, E. (1992). A framework for the behavior of unsaturated expansive clays. *Canadian Geotechnical Journal*, **29**, 1013-1032.
- Gens, A. (2000). Gas migration through bentonite and natural clays. *Gas Generation and Migration in Radioactive Waste Disposal Safety-relevant Issues*,

Workshop Proceedings, 26th to 28th June 2000 (pp. 45-49). Reims, France: NEA.

- Gil, A. (2012). Materiales porosos basados en arcillas pilareadas: control de su estructura para aplicaciones medioambientales y energéticas. *Avances en Ciencias e Ingeniería*, **3** (2), 137-148.
- Gmitro, J.I. y Vermeulen, T. (1964). Vapor-Liquid Equilibria for Aqueous Sulfuric Acid. *A. I. Ch. E. Journal*, **10** (5), 740-746.
- Goguel, J., Candès, P. y Izabel, C. (1987). *Stockage des déchets radioactifs en formations géologiques. Critères techniques de choix de site*. Rapport du groupe de travail preside par le professeur Goguel. Ministère de l'Industrie, des P. & T. et du Tourisme, 245 p.
- Gómez-Espina, R. y Villar, M.V. (2013). *Modificaciones en la Bentonita MX-80 Compactada Sometida a Tratamiento Termo-Hidráulico*. Informe Técnico 1290. CIEMAT, Madrid, 85 p.
- González-Blanco, L., Romero, E., Jomni, C., Sillen, X. y Li, X. (2017). Exploring Fissure Opening and Their Connectivity in a Cenozoic Clay During Gas Injection. En A. Ferrari and L. Laloui (Eds.), *Advances in Laboratory Testing and Modelling of Soils and Shales* (pp. 287-295). Springer Series in Geomechanics and Geoengineering.
- Graham, J., Halayko, K.G., Hume, H., Kirkham, T., Gray, M. y Oscarson, D. (2002). A Capillarity-Advective model for gas break-through in clays. *Engineering Geology*, **64**, 273-286.
- Graham, C.C., Harrington, J.F. y Cuss, R.J. (2014). Gas migration in bentonite-Fundamental Issues. En P. Sellin (Ed.), *Experiments and modelling on the behavior of EBS*. FORGE Report D3.38, 426 p.
- Gray, M.N., Wan, A.W.L., Kirkham, T. y Graham, J. (1996). On the gas-breakthrough resistance of engineered clay barrier materials proposed for use in nuclear fuel waste disposal. Proceeding from: *International Conference on Deep Geological Disposal of Radioactive Waste* (pp. 197). Winnipeg, Manitoba: Canadian Nuclear Society.
- Grim, R.E. (1968). *Clay Mineralogy*. New York: 2nd ed. McGraw-Hill Book Company.
- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L. y Romero, F.J. (2014). Gas transport properties of compacted bentonite. En N. Khalili, A. Russell y A.

Khoshghalb (Eds.), *Unsaturated Soils: Research & Applications*, vol. 2 (pp. 1735-1740). London: Taylor & Francis Group.

- **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J. y Barcala, J.M. (2015). Gas-breakthrough pressure of FEBEX bentonite. En R.P. Shaw (Ed.), *Gas Generation and Migration in Deep Geological Radioactive Waste Repositories*. Geological Society, London, Special Publications, **415**, 47-57.

H

- Harrington, J.F. y Horseman, S.T. (1999). Gas transport properties of clays and mudrocks. En A.C. Aplin, A.J. Fleet y J.H.S. Macquaker (Eds.), *Muds and Mudstones: Physical and Fluid Flow Properties*. Geological Society, London, Special Publications, **158**, 107-124.
- Harrington, J.F. y Horseman, S.T. (2003). Gas migration in KBS-3 buffer bentonite. Technical Report TR-03-02. SKB, Stockholm, 57 pp.
- Harrington J.F., Milodowski, A.E., Graham, C.C., Rushton, J.C. y Cuss R.J. (2012). Evidence for gas-induced pathways in clay using a nanoparticle injection technique. *Mineralogical Magazine*, **76** (8), 3327-3336.
- Hildenbrand, A., Schlomer, S. y Krooss, B.M. (2002). Gas breakthrough experiments on fine-grained sedimentary rocks. *Geofluids*, **2**, 3-23.
- Hildenbrand, A. y Urai, J.L. (2003). Investigation of the morphology of pore space in mudstones-first results. *Marine and Petroleum Geology*, **20**, 1185-1200.
- Ho, C.K. y Webb, S.W. (2006). *Gas Transport in Porous Media*. Dordrecht: Springer.
- Horseman, S.T. y Harrington, J.F. (1994). *Migration of repository gases in an overconsolidated clay*. Technical Report WE/94/7. British Geological Survey, Keyworth, 66 p.
- Horseman, S.T., Higgo, J.J.W., Alexander, J. y Harrington, J.F. (1996). *Water, Gas and Solute Movement Through Argillaceous Media* (pp. 231-252). Paris, France: NEA/OECD.
- Horseman, S.T., Harrington, J.F. y Sellin, P. (1999). Gas migration in clay barriers. *Engineering Geology*, **54**, 139-149.
- Huertas F., Fuentes-Cantillana, J.L., Jullien, F., Rivas, P., Linares, J., Fariña, P., Ghoreychi, M., Jockwer, N., Kickmaier, W., Martínez, M.A., Samper, J., Alonso, E. y Elorza, F.J. (2000). *Full-scale engineered barriers experiment for a deep*

geological repository for high-level radioactive waste in crystalline host rock (FEBEX project), European Commission Report EUR 19147 EN, 362 p.

- Hume, H.B. (1999). *Gas breakthrough in compacted Avonlea bentonite*. MSc. Thesis, Department of Soil Science, University of Manitoba, Winnipeg, Canada.

I

- Irmay, S. (1954). On the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Trans. Of the Am. Geophysical Union*, **35**, 463-468.

J

- Jacobs, E., Volckaert, G., Maes, N., Charlier, R., Collin, F., Gerard, P., Levasseur, S., Delavaissière, R., Talandier, J., Granet, S., Navarro, M., Villar, M., Romero, F., Martín, P., Zandarin, M., Olivella, S., Alonso, E., Marschall, P., Harrington, J., Cuss, R., Noy, D. y Woods, A. (2014). *WP5 final Report: Experiments and modelling of gas migration processes in undisturbed rocks*. FORGE Report D5.19, 146 p.
- Jocker, N. y Wieczorek, K. (2008). *Investigations on gas generation, release, and migration in the frame of FEBEX*. GRS - 243, 79 p.

K

- Karnland, O., Olsson, S. y Nilsson, U. (2006). Mineralogy and sealing properties of various bentonites and smectite-rich clay materials. Technical Report TR-06-30. SKB, Stockholm, 91 p.
- Karnland, O. (2010). Chemical and mineralogical characterization of the bentonite buffer for the acceptance control procedure in a KBS-3 repository. Technical Report TR-10-60. SKB, Stockholm, 29 p.
- Kirkham, D. (1946). Field method for determination of air permeability of soil in its undisturbed state. *Soil Science Society of America*, **11**, 93-99.
- Kiviranta, L. y Kumpulainen, S. (2011). Quality control and characterization of bentonite materials. Working Report 2011-84. Posiva, Eurajoki, 98 p.
- Klinkenberg, L.J. (1941). The permeability of porous media to liquids and gases, Drilling and Production Practice, *American Petroleum Inst.*, 200-213.

L

- L' Air liquid (1976). *Encyclopédie des Gaz*. Amsterdam: Elsevier.

- Lide, D.R. y Kehiaian, H.V. (1994). *CRC Handbook of thermochemical data*. Boca Raton, Florida: CRC Press.
- Lide, D.R. (1995). *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 75th ed. Boca Raton, Florida: CRC Press.
- Liu, J.F., Davy, C.A., Talandier, J. y Skoczylas, F. (2014). Effect of gas pressure on the sealing efficiency of compacted bentonite-sand plugs. *Journal of Contaminant Hydrology*, **170**, 10-27.
- Lloret, A. (1982). *Comportamiento deformacional del suelo no saturado bajo condiciones drenadas y no drenadas*. Ph. D. Thesis. Universidad Politécnica de Cataluña.
- Lloret, A., Villar, M.V., Sánchez, M., Gens, A., Pintado, X. y Alonso, E.E. (2003). Mechanical behavior of heavily compacted bentonite under high suction changes. *Géotechnique*, **53**, No. 1, 27-40.
- Lloret, A., Romero, E. y Villar, M.V. (2004). *FEBEX II Project, Final Report on thermo-hydro-mechanical laboratory tests*. Publicación técnica 10/2004. ENRESA, Madrid, 165 p.
- Lloret, A. y Villar, M.V. (2007). Advances on the knowledge of the thermo-hydro-mechanical behavior of heavily compacted "FEBEX" bentonite. *Physics and Chemistry of the Earth*, **32**, 701-715.
- Loosveldt, H., Lafhaj, Z. y Skoczylas, F. (2002). Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar. *Cement and Concrete Research*, **32**, 1357-1363.
- Low, P.F. (1961). The physical chemistry of clay-water interactions. *Adv. in Agron.*, **13**, 269-327.
- Low, P.F. (1987). The clay-water interface. *Proc. Int. Conf., Denver, Clay Minerals Soc.*, 247-256.

M

- Madsen, F.T. (1998). Clay mineralogical investigations related to nuclear waste disposal. *Clay Minerals*, **33**, 109-129.
- Mallants, D. y Jacques, D. (2004). *Gas generation and potential impact on repository performance*. SCK·CEN, Exchange meeting, 26 October 2004.

- Marcial, D. (2011). A simple method to consider water density changes in the calculation of the degree of saturation of swelling clays. En E. Alonso y A. Gens (Eds.), *Unsaturated Soils* (pp. 473-478), Boca Raton, Florida: CRC Press.
- Marschall, P., Croisé, J., Schlickenrieder, L., Boisson, J.-Y., Vogel, P. y Yamamoto, S. (2004). Synthesis of Hydrogeological Investigations at the Mont Terri Site (Phases 1 to 5). En P. Heitzmann (Ed.), *Mont Terri Project- Hydrogeological Synthesis, Osmotic Flow*. Report No. 6 of the Federal Office For Water and Geology (FOWG), Geology Series, Bern, 126 p.
- Marschall, P., Horseman, S. y Gimmi, T. (2005). Characterisation of Gas Transport Properties of the Opalinus Clay, a Potential Host Rock Formation for Radioactive Waste Disposal. *Oil & Gas Science and Technology*, **60**, 121-139.
- Martín, P.L., Villar, M.V., García, M., Yllera, A., Barcala, J.M. y Casero, D. (1998). *Transporte de gases en la bentonita. Informe Final- 1997/1998 (proyecto GASBEN)*. Informes Técnicos CIEMAT-DIAE 54123/2/98. CIEMAT, Madrid, 152 p.
- Matyas, E.L. (1967). Air and water permeability of compacted soils. En: *Permeability and Capillarity of Soils*. American Society of Testing Materials, Special Technical Publications, STP 471, 160-175 p.
- Metcalfe, R., Watson, S.P., Rees, J.H., Humphreys, P. y King, P. (2008). *NDA Work on Gas Generation and Migration from a Deep Geological Repository*. Technical Report QRS-1223A-4. Nirex/NDA, Bristol, 166 p.
- Report Nr. 23 of the Swiss Hydrological and Geological Survey, Bern, 191 p.
- Müller-Vonmoss, M. y Kahr, G. (1983). *Mineralogische untersuchungen von Wyoming bentonite MX-80 und Montigel*. Technical Report NTB 83-13. NAGRA, Wettingen.
- Müller, W. (2001). Gas generation. Proceeding from: *Gas Generation and Migration in Radioactive Waste Disposal, Safety Relevant Issues* (pp. 67-74). Reims, France: NEA/OECD.

N

- NAGRA (2008). *Effects of post-disposal gas generation in a repository for low- and intermediate-level waste sited in the Opalinus Clay of Northern Switzerland*. Technical Report 08-7. NAGRA, Wettingen, 137 p.

- Naish, C.C., Balkwill, P.H., O'Brien, T.M., Taylor, K.J. y Marsh, G.P. (1991). *The anaerobic corrosion of carbon steel in concrete*. Brussels, Belgium: European Commission.
- Norris, S. (2010). *Summary of Gas Generation and Migration*. Current State-of-the-Art. FORGE Report: Milestone M15, 184 p.

O

- Olphen, van H. (1977). *An Introduction to Clay Colloid Chemistry*. New York: John Wiley.
- Ortiz, L., Volckaert, G. y Mallants, D. (2002). Gas generation and migration in Boom Clay, a potential host rock formation for nuclear waste storage. *Engineering Geology*, **64**, 287-296.

P

- Pepper, A.S. (1991). Estimating the petroleum expulsion behavior of source rocks: a novel quantitative approach. En W.A. England y A.J. Fleet (Eds.), *Petroleum Migration*. Geological Society, London, Special Publication, **59**, 9-31.
- Popp, T. (2009). *State of the art report on gas transport through interfaces*. FORGE D3.1-R. December 2009. Leipzig, 51 p.
- Popp, T., Rölke, C. y Salzer, K. (2014). Hydromechanical properties of bentonite-sand block assemblies with interfaces in engineered barrier systems. En R.P. Shaw (Ed.), *Gas Generation and Migration in Deep Geological Radioactive Waste Repositories*. Geological Society, London, Special Publications, **415**, 19-33.
- Pusch, R. y Forsberg, T. (1983). *Gas migration through bentonite clay*. Technical Report 83-71. SKBF/KBS, Luleå, 15 p.
- Pusch, R., Ranhagen, L. y Nilsson K. (1985). *Gas migration through MX-80 bentonite*. Technical Report 85-36. NAGRA, CÉDRA, CISRA, Lund, 29 p.

R

- Rodwell, W.R., Harris, A.W., Horseman, S.T., Lalieux, P., Müller, W., Ortiz Amaya, L. y Pruess, K. (1999). *Gas migration and two-phase flow through engineered and geological barriers for a deep repository for radioactive waste*. A Joint EC/NEA Status Report, European Commission Report EUR 19122 EN, 429 p.

- Rodwell, W.R. (2000). *Research into gas generation and migration in radioactive waste repository systems* (PROGRESS Project), European Commission Report EUR 19133 EN, 337 p.
- Rodwell, W.R., Norris, S., Cool, W., Cuñado, M., Johnson, L., Mäntynen, M., Müller, W., Sellin, P., Snellman, M., Talandier, J., Vieno, T. y Vines, S. (2003). *A thematic network on gas issues in safety assessment of deep repositories for radioactive waste* (GASNET Project), European Commission Report EUR 20165 EN, 49 p.
- Romero, E. y Simms, P.H. (2008). Microstructure Investigation in Unsaturated Soils: A Review with Special Attention to Contribution of Mercury Intrusion Porosimetry and Environmental Scanning Electron Microscopy. *Geotechnical and Geological Engineering*, vol. **26**, 705-727.
- Romero, E., Senger, R., Marschall, P. y Gómez, R. (2012). Air Tests on Low-Permeability Claystone Formations. Experimental Results and Simulations. En L. Laloui y A. Ferrari (Eds.), *Multiphysical Testing of Soils and Shales*. Springer Series in Geomechanics and Geoengineering. Springer, Berlin, Heidelberg, 69-83 p.
- Romero, E. (2013). A microstructural insight into compacted clayey soils and their hydraulic properties. *Engineering Geology*, vol. **165**, 3-19.
- Romero, E. (2015). *Exploring microestructural issues on compacted soils along HM paths*. Unsaturated Soil Mechanics: From Fundamentals to Applications, 7th ALERT OZ Summer school, May 26, Barcelona.

S

- Salo, J.P. y Kukkola, T. (1989). Bentonite Pellets, an alternative buffer material for spent fuel canister deposition holes. *Workshop "Sealing of Radioactive Waste Repositories"*, Braunschweig (1989).
- Scanlon, B.R., Nicot, J.P. y Wassmann, J.W. (2002). Soil gas movement in unsaturated systems. En M. E. Sumner (Ed.), *Handbook of soil science* (pp. A277-A318). Boca Raton, Florida: CRC PRESS.
- Scheidegger, A.E. (1974). *The Physics of Flow through Porous Media*, 3^{er} ed. Toronto: University of Toronto Press.
- Senger, R., Romero, E., Ferrari, A. y Marschall, P. (2014). Characterization of gas flow through low-permeability claystone: laboratory experiments and two-phase flow analyses. En S. Norris, J. Bruno, M. Cathelineau, P. Delage, C. Fairhurst, E.C. Gaucher, E.H. Höhn, A. Kalinichev, P. Lalieux y P. Sellin (Eds.),

Clays in Natural and Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement. Geological Society, London, Special Publications, **400**, 531-543.

- Sing, K.S.W., Everett, D.H., Haul, R.A.W., Moscou, L., Pierotti, R.A., Rouquérol, J. y Siemieniewska, T. (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure & Appl. Chem.*, **57** (4), 603-619. IUPAC.
- Stepkowska, E.T. (1990). Aspects of the clay electrolyte water-system with special reference to the geotechnical properties of clays. *Engineering Geology*, **28** (3-4), 249-267.
- SYSTAT SOFTWARE INC (2002). *Table Curve 2D. Automated Curve Fitting and Equation Discovery, Version 5.01*. Systat Software, Inc., San Jose, CA.
- Smart, N.R., Rance, A.P., Fennell, P.A.H. y Kursten, B. (2013). *The anaerobic corrosion of carbon steel in alkaline media – Phase 2 results*. EPJ Web of Conferences **56**, 06003.
- Sposito, G. (1984). *The surface chemistry of soils*. New York: Oxford University Press.
- Stepkowska, E.T. (1990). Aspects of the clay/electrolyte/water system with special reference to the geotechnical properties of clays. *Engineering Geology*, **28**, 249-268.

T

- Tanai, K., Kanno, T. y Gallé, C. (1997). Experimental study of gas permeabilities and breakthrough pressures in clays. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, vol. 465, 995-1002.
- Tanikawa, W. y Shimamoto, T. (2006). Klinkenberg effect for gas permeability and its comparison to water permeability for porous sedimentary rocks. *Hydrol. Earth Syst. Sci. Discuss.*, **3**, 1325-1338.
- Tindall, J.A. y Kundel, J.R. (1999). *Unsaturated Zone Hydrology for Scientists and Engineers*. Upper Saddle River: Prentice Hall.
- Thomas, L.K., Katz, D.L. y Tek, M.R. (1968). Threshold pressure phenomena in porous media. *Society of Petroleum Engineers Journal*, vol. 8, **2**, 174-184.
- Tuller, M. y Or, D. (2005). *Water Retention and Characteristic Curve*. Ed. Elsevier.

V

- Van Genuchten, M.T. (1980). A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil Science Society of America*, **44** (5), 892-898.
- Villar, M.V. (2000). *Thermo-hydro-mechanical characterisation of a bentonite from Cabo de Gata. A study applied to the use of bentonite as sealing material in high level radioactive waste repositories*. Ph. D. Thesis. Universidad Complutense de Madrid.
- Villar, M.V. y Lloret, A. (2001). Variation of the intrinsic permeability of expansive clay upon saturation. En K. Adachi y M. Fukue (Eds.), *Clay Science for Engineering* (pp. 259-266). Rotterdam, Balkema.
- Villar, M.V. (2002). *Thermo-hydro-mechanical characterization of a bentonite from Cabo de Gata. A study applied to the use of bentonite as sealing material in high level radioactive waste repositories*. Publicación Técnica 01/2002. ENRESA, Madrid, 39 p.
- Villar, M.V. y Lloret, A. (2008). Influence of dry density and water content on the swelling of a compacted bentonite. *Applied Clay Science*, **39**, 38-49.
- Villar, M.V., García-Siñeriz, J.L., Bárcena, I. y Lloret, A. (2005a). State of the bentonite barrier after five years operation of an in situ test simulating a high level radioactive waste repository. *Engineering Geology*, **80**, 175-198.
- Villar, M.V. (2005b). *MX-80 bentonite. Thermo-hydro-mechanical characterization performed at CIEMAT in the context of the Prototype Project*. Informe Técnico 1053. CIEMAT, Madrid, 39 p.
- Villar, M.V., Gómez-Espina, R. & Martín, P.L. (2006). *Behaviour of MX-80 Bentonite at Unsaturated Conditions and under Thermo-Hydraulic Gradient*. Informe Técnico 1081. CIEMAT, Madrid, 45 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J., Barcala, J.M. y **Gutiérrez-Rodrigo, V.** (2012a). Gas transport through bentonite: influence of dry density, water content and boundary conditions. En F. Skoczylas, C.A. Davy, F. Agostini y N. Burlion (Eds.), *Propriétés de Transfert des Géomatériaux* (pp. 379-389). Transfert 2012, Actes du Colloque. Lille, France.
- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Martín, P.L., Romero, F.J. y Barcala, J.M. (2012b). *Results of the test on bentonite (Part 2)*. FORGE Deliverable 3.27. Informe Técnico CIEMAT/DMA/2G207/07/12. CIEMAT, Madrid, 52 p.

- Villar, M.V., Martín, P.L., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Martín, P.L. y Barcala, J.M. (2012c). *Contribution of CIEMAT to WP3 final report*. CIEMAT Technical Report CIEMAT/DMA/2G207/06/12. CIEMAT, Madrid, 45 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., Bárcena, I., García-Siñeriz, J.L., Gómez-Espina, R. y Lloret, A. (2012d). Long-term experimental evidences of saturation of compacted bentonite under repository conditions. *Engineering Geology*, **149-150**, 57-69.
- Villar, M.V., Gómez-Espina, R., Campos, R., Barrios, I. y Gutiérrez, L. (2012e). Porosity changes due to hydration of compacted bentonite. En C. Mancuso, C. Jommi y F. D'Onza (Eds.), *Unsaturated Soils: Research & Applications*, vol. 1 (pp. 137-144). London: Springer.
- Villar, M.V., Gómez-Espina, R. y Gutiérrez-Nebot, L. (2012f). Basal spacings of smectite in compacted bentonite. *Applied Clay Science*, **65-66**, 95-105.
- Villar, M.V. y Romero, F.J. (2012). Water Retention Curves of Opalinus Clay. Informe Técnico 1262. CIEMAT, Madrid, 33 p.
- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Martín, P.L., Romero, F.J. y Barcala, J.M. (2013). *Gas transport in Bentonite*. Informe Técnico 1301. CIEMAT, Madrid, 63 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J., **Gutiérrez-Rodrigo, V.** y Barcala, J.M. (2015a). Gas and water permeability of concrete. En R.P. Shaw (Ed.), *Gas Generation and Migration in Deep Geological Radioactive Waste Repositories*. Geological Society, London, Special Publications, **415**, 59-73.
- Villar, M.V., Romero, F.J., Martín, P.L., **Gutiérrez-Rodrigo, V.** y Barcala, J.M. (2015b). *Gas Transport in Opalinus Clay*. Informe Técnico 1378. CIEMAT, Madrid, 40 p.
- Villar, M.V., **Gutiérrez-Rodrigo, V.**, Iglesias, R.J., Campos, R. y Gutiérrez-Nebot, L. (2016a). *Changes in the microstructure of compacted bentonite caused by heating and hydration*. E-UNSAT, E3S Web of Conferences, **9**, 18001.
- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J., Iglesias, R.J. y **Gutiérrez-Rodrigo, V.** (2016b). Saturation of barrier materials under thermal gradient. *Geomechanics for Energy and the Environment*, **8**, 38-51.
- Volckaert, G., Ortiz, L., de Cannière, P., Put, M., Horseman, S.T., Harrington, J.F., Fioravante, V. y Impey, M. (1995). *Modelling and experiments on gas*

migration in repository host rocks (MEGAS Project), European Commission Report EUR 16235 EN, 447 p.

W

- Wacquier, W. y Van Humbeeck, H. (2009). *B&C Concept and Open Questions*, Note for ONDRAF/NIRAS, 2009-0146.
- Wang, J (2010). High-level radioactive waste disposal in China: update 2010. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*, **2** (1), 1-11.
- Washburn, E.W. (1921). The Dynamics of Capillary Flow. *Physical Review*, **17**, 273.
- Wayllace, A. (2008). *Volume change and swelling pressure of expansive clay in the crystalline swelling regime*. Degree Ph.D. Civil & Environmental Engineering. Faculty of the Graduate School University of Missouri, 135 p.
- Wroth, C.P. (1971). Some aspects of the elastic behavior of overconsolidated clay. *Proceedings Roscoe Memorial Symposium on Stress-Strain Behaviour of Soils*, Henley-on-Thames: Fowliss.
- Weetjens, E. y Sillen, X. (2006). Gas generation and migration in the near field of a supercontainer-based disposal system for vitrified high-level radioactive waste. *Proceedings of the 11th International High-Level Radioactive Waste Management Conference*. IHLRWM, Las Vegas, Nevada, USA.
- Wersin, P., Stroes-Gascoyne, S., Pearson, F.J., Tournassat, C., Leupin, O.X. y Schwyn, B. (2011). Biogeochemical processes in a clay formation *in situ* experiment: Part G-Key interpretations and conclusions. Implications for repository safety. *Applied Geochemistry*, **26**, 1023-1034.
- Wikramaratna, R.S., Goodfield, M., Rodwell, W.R., Nash, P.J. y Agg, P.J. (1993). *A preliminary assessment of gas migration from the Copper/Steel Canister*. Technical Report TR 93-31. SKB, Stockholm, 51 p.
- Worgan, K.J. (1990). *Scoping calculations for gas dissolution, diffusion and water expulsion in a L/ILW repository*. Intera Sciences Report\linebreak I1904-7.
- Wu, Y., Pruess, K. y Persoff, P. (1998). Gas flow in porous media with Klinkenberg effects, *Transport in Porous Media*, **32**, 117-137.

Y

- Yoshimi, Y. y Osterberg, J.O. (1963). Compression of partially saturated cohesive soils. *Journal of Soil Mechanics and Foundations Division*. ASCE 89, SM 4, 1-24.

Páginas web

- www.terram.com
- www.mont-terri.ch
- www.fluidat.com

Anexo I. Artículos

En el siguiente anexo se incluyen los artículos de mayor relevancia publicados durante esta tesis en cuanto al estudio de la permeabilidad al gas en muestras de bentonita FEBEX y MX-80 en condiciones no saturadas (Gutiérrez *et al.*, 2014, *Gas transport properties of compacted bentonite*) y, el proceso de *breakthrough* en muestras de bentonita FEBEX saturada (Gutiérrez *et al.*, 2015, *Gas-breakthrough pressure of FEBEX bentonite*).

Gas transport properties of compacted bentonite

V. Gutiérrez-Rodrigo, M.V. Villar, P.L. Martín & F.J. Romero

CIEMAT (Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas), Madrid, Spain

ABSTRACT: The gas permeability of the FEBEX and the MX-80 bentonites compacted at dry densities of between 1.4 and 1.8 g/cm³ with different water contents was measured for different confining, injection and backpressures. It was checked that gas permeability was greatly affected by dry density and water content, decreasing with the increase of both. Gas permeability was mainly related to the accessible porosity (inverse to liquid degree of saturation), through a potential expression with exponent close to 3. The lower gas permeability of MX-80 can be attributed to its finer grain size. For gas pressures below 1.2 MPa no significant effect of the injection or confining pressures on the value of permeability was detected. The Klinkenberg effect was not significant for these materials in the range of pressures applied in the tests.

1 INTRODUCTION

In a radioactive waste repository significant quantities of gas could be generated by radiolysis, corrosion or degradation of materials. The engineered barriers surrounding the waste containers should be impermeable enough to avoid easy fluid transfer with the geosphere but, at the same time, should let this gas get away, because otherwise gas pressure could build up and damage the integrity of the repository system. In this context, the aim of this investigation was the determination of the gas transport properties of compacted bentonites to be used as engineered barrier in a radioactive waste disposal facility, the FEBEX and the MX-80 bentonites.

When there are two fluids present in a porous material (gas and water in this case), the permeabilities of each fluid depend upon the saturation in each fluid: these are called effective permeabilities. When gas permeability is determined in partially saturated materials, the value obtained in the determinations (apart from the gas permeability, k_g) is the intrinsic permeability measured with gas flow, k_{ig} , multiplied by the relative permeability to gas, k_{rg} . To determine the intrinsic permeability with air flow the sample must be completely dry. This determination cannot be properly accomplished in clay materials, since their drying modifies their microstructure and hence their hydraulic properties. In turn, the relative permeability to gas is the ratio of the effective permeability of gas at a particular saturation (which is the value determined in tests performed in partially satu-

rated samples) to the absolute permeability of gas at total gas saturation, i.e. in completely dry material, where the k_{rg} value would be 1.

2 MATERIALS AND METHODS

2.1 Materials

The FEBEX bentonite was extracted from the Cortijo de Archidona deposit (Almería, Spain) and the processing at the factory consisted of disaggregation and gently grinding, drying at 60°C and sieving by 5 mm (ENRESA 2000, 2006). The montmorillonite content of the FEBEX bentonite is above 90 wt.%. Besides, the bentonite contains variable quantities of quartz, plagioclase, K-feldspar, calcite, and cristobalite-trydimite. The density of the solid particles is 2.70±0.04 Mg/m³, and the hygroscopic water content 13.7±1.3 %.

The MX-80 bentonite was extracted from Wyoming (USA). The MX-80 batch used in this investigation was composed mainly of montmorillonite (83 wt.%) and it also contained quartz, feldspars, cristobalite and smaller quantities of calcite, gypsum, dolomite, halite and pyrite. The CEC was 65 meq/100g, and the major exchangeable cations were sodium, calcium and magnesium. The density of solid particles according to new determinations is 2.72 Mg/m³ and the hygroscopic water content 9±1%.

The granulometric curves of the two bentonites obtained by dry sieving are shown in Figure 1. The maximum particle sizes were 5 and 1 mm for FEBEX and MX-80 bentonites, respectively.

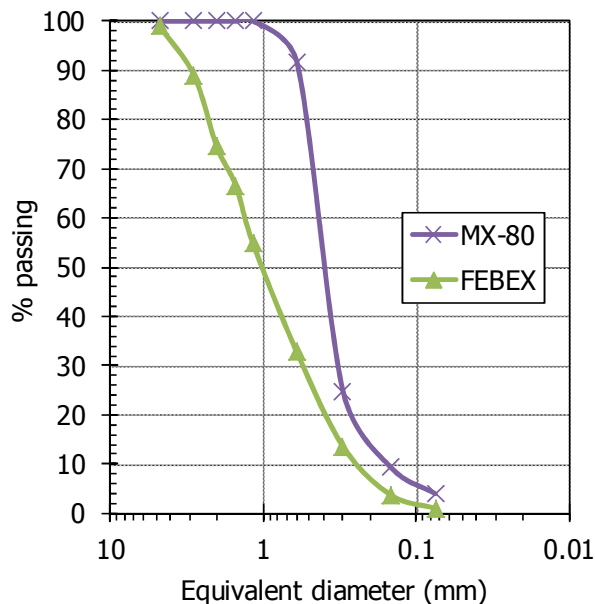


Figure 1. Granulometric curves of the two bentonites used.

2.2 Methods

Gas permeability was measured in specimens of compacted bentonite. Several days before compaction, the granulated bentonite was mixed with different quantities of deionised water, in order to obtain water contents of between 16 and 22%. Cylindrical samples of 3.8 cm diameter and 7.8 cm height were obtained by uniaxial compaction of the wet bentonite. Measurements were also performed in samples compacted with the hygroscopic water content and, in the case of the FEBEX bentonite, in samples that had been slightly dried in the oven at temperatures below 100°C.

The cylindrical samples were placed in a triaxial cell confined between two porous stones and wrapped in two latex membranes, between which vacuum grease was applied in order to prevent the loss of gas. The chamber of the triaxial cell was filled with water and a pressure was applied to ensure perfect adherence of the latex membranes to the walls of the sample.

Two different experimental setups were used to measure the gas permeability, an unsteady and a steady-state one, both working at room temperature and using nitrogen gas as fluid. The first one applied low pressures and was useful to test the influence of water content and dry density, whereas with the steady-state permeameter –which applied higher pressures– the effect of boundary conditions (such as gas pressure and confining pressure) could be analysed. The details of the setups and those concerning the computation of gas permeability from the measurements were given in Villar et al. (2012a, b)

In the unsteady-state setup the confining pressure applied was 0.6 MPa. The inlet at the lower part of the sample was connected to an airtight tank of

known volume, in which nitrogen gas was previously injected at a pressure slightly higher than atmospheric. The tank was instrumented with a pressure sensor, connected to a data acquisition system, which recorded the pressure of the fluid contained inside. The inlet at the upper part of the sample was left open to the atmosphere. The test consisted in allowing the air in the tank to go out to the atmosphere through the specimen, while the decrease in pressure in the tank was measured as a function of time (Villar & Lloret 2001).

The steady-state setup was designed to work as a constant head permeameter, with the possibility to change the head value and measure the gas inflow and outflow (Figure 2). The triaxial cell was pressurized to different confining pressures. The injection and downstream pressures could be independently varied and kept constant by gas forward pressure controllers during the period of time necessary to get steady flow. Different range gas mass flowmeters measured the inward and outward flows. The system applied the pressures to the sample and registered flow and pressures from the measurement devices.

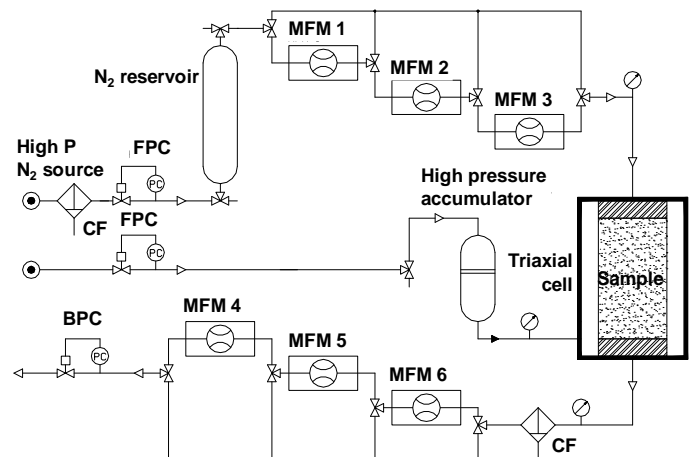


Figure 2. Schematic diagram of the steady-state setup for the gas permeability tests (CF: coalescing filter; FPC: forward pressure controller; BPC: back pressure controller; MFM: mass flowmeter (1000 mLn/min: 1&6; 100 mLn/min: 2&5; 10 mLn/min: 3&4); black arrow: water line for confining pressure)

3 RESULTS

3.1 Effect of dry density and water content

The unsteady-state permeameter has been used at CIEMAT over several years (Villar & Lloret 2001, Villar 2002), and the results obtained for the FEBEX bentonite have been compiled again to compare them with those obtained with the steady-state equipment (Villar et al. 2012a, b). Altogether gas permeability was measured in samples compacted at dry densities of between 1.4 and 1.9 g/cm³ with water contents between 6 and 24%, corresponding to initial degrees of saturation between 7 and 97%. In

the steady-state permeameter the maximum gas injection pressure applied was 0.8 MPa and the maximum confining pressure 1.0 MPa, which was well below the compaction pressure for the samples involved. It was checked that for a given sample and test step the gas outflow was equal to the gas inflow, and thus the effective gas permeability calculated as $k_{ig} \cdot k_{rg}$ was the same despite the flow (in or out) used to compute it.

Figure 3 shows the results obtained for the FEBEX bentonite with both methods as a function of the dry density, whereas Figure 4 shows the same values as a function of the water content. The results for the steady-state permeameter were computed as the average permeability value obtained with the gas outflow for all the steps in which backpressure was atmospheric. The decrease of gas permeability with dry density was substantial, several orders of magnitude for an increase of dry density from 1.5 to 1.8 g/cm³. The effect of water content was also noticeable and higher water content samples tended to have lower permeabilities. It was not possible to measure gas permeability for degrees of saturation higher than 97%.

The results obtained so far for the MX-80 bentonite are shown in Figure 5, in which the decrease of gas permeability both with dry density and with water content is clear.

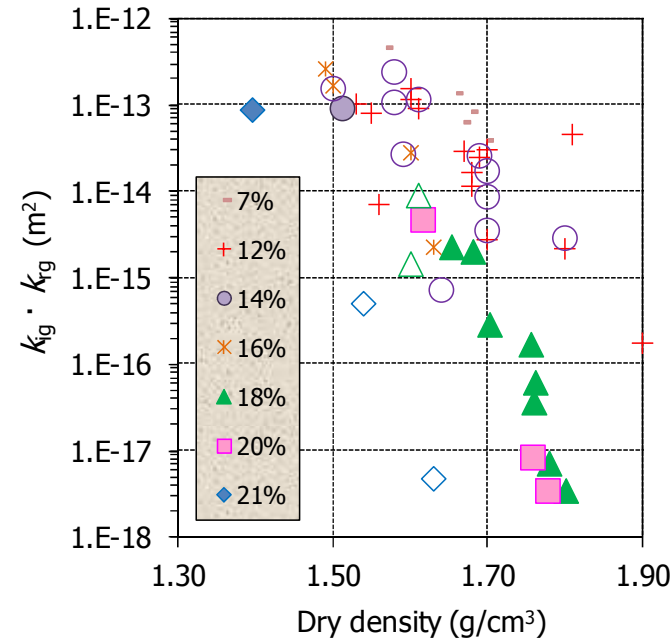


Figure 3. Gas permeability measurements performed in the unsteady-state (open symbols) and the steady-state permeameters (filled symbols) for the FEBEX bentonite. The approximate water content ($\pm 1\%$) is indicated in the legend.

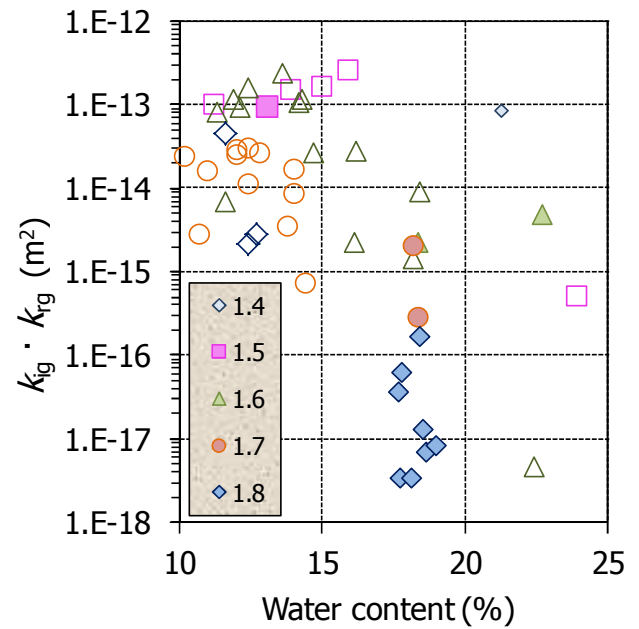


Figure 4. Gas permeability measurements performed in the unsteady-state (open symbols) and the steady-state permeameters (filled symbols) for the FEBEX bentonite. The approximate dry density (± 0.05) is indicated in the legend in g/cm³.

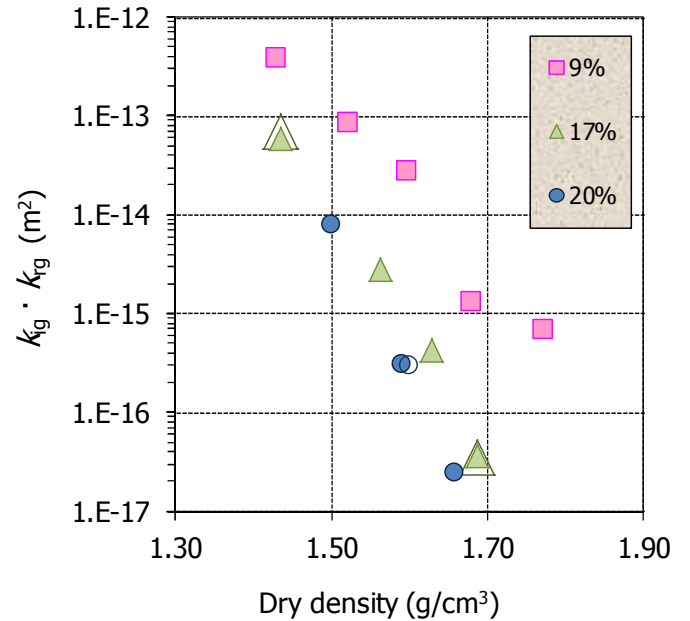


Figure 5. Gas permeability measurements performed in the unsteady-state (filled symbols) and the steady-state permeameter (open symbols) for the MX-80 bentonite. The water content is indicated in the legend.

3.2 Effect of pressure on gas permeability

In the range of pressures tested, no clear effect of the injection pressure on the permeability value obtained was observed for the FEBEX bentonite. The increase in backpressure while keeping the confining and injection pressures constant implied a decrease in effective pressure, and consequently an increase in gas permeability, k_g . This effect was not observed when the gas permeability was expressed as $k_{ig} \cdot k_{rg}$, i.e. without taking into account the fluid properties (Vil-

lar et al. 2012a, b). For the MX-80 bentonite the change in injection pressure did not imply a significant change in gas permeability (Figure 6).

The effect of the confining pressure on permeability was checked by increasing the confining pressure from 600 to 1000 kPa, while the injection and back-pressure were constant. For the range of pressures tested in this series of tests, the confining pressure did not affect the permeability value of FEBEX bentonite (Figure 7). For the same range of pressures the effect of confining pressure was neither significant in the MX-80 bentonite (Figure 8).

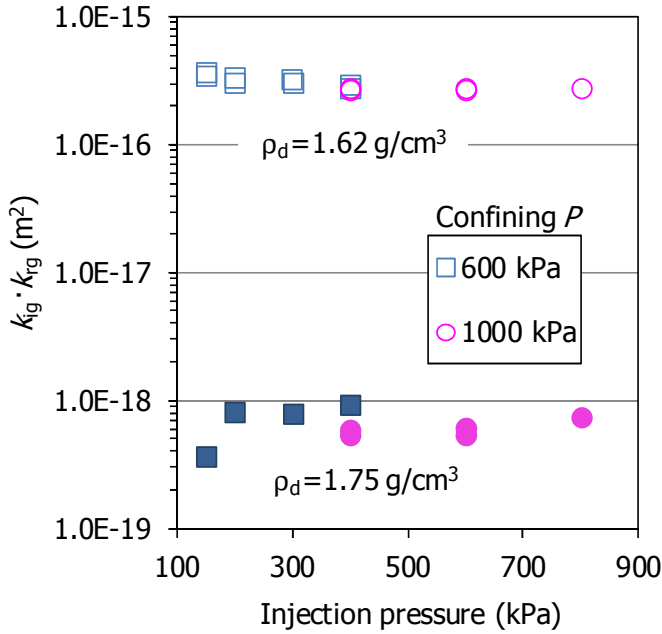


Figure 6. Effect of injection and confining pressure on gas permeability of MX-80 samples of water content 20% and different dry density. Atmospheric backpressure.

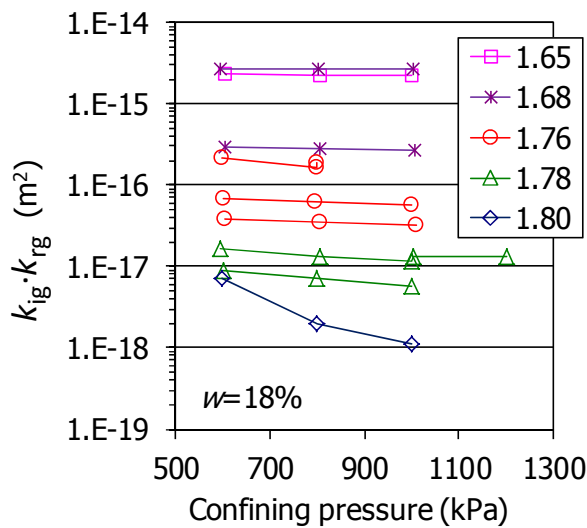


Figure 7. Effect of confining pressure on gas permeability measured in the steady-state permeameter for FEBEX samples of average water content 18%. The dry density of the samples is indicated in the legend in g/cm³. Injection pressure 400 kPa, atmospheric backpressure.

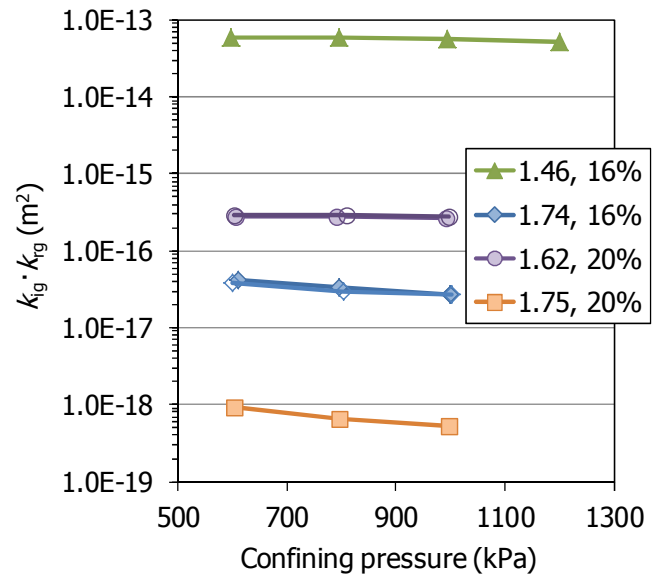


Figure 8. Effect of confining pressure on gas permeability measured in the steady-state permeameter for MX-80 samples of different dry density (in g/cm³) and water content. Constant injection pressure, atmospheric backpressure.

In both bentonites it seems that the effect of confining pressure was only noticeable as the dry density, and consequently the degree of saturation, were higher, the permeability decreasing slightly as the confining pressure increased for these high-density samples. This can be also realized in Figure 6 and could be an experimental artifact.

4 DISCUSSION

It was found in previous investigations with the FEBEX bentonite that the gas permeability was best correlated to the accessible porosity. In fact, both the results obtained with highly saturated samples in the steady-state permeameter and those obtained in less saturated samples and with low injection pressure in the unsteady-state permeameter fit in the correlation (Villar et al. 2012a, b):

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = 1.30 \cdot 10^{-12} (e(1-S_r))^{3.25} \quad (1)$$

The values are plotted in Figure 9 along with the results obtained so far for the MX-80 bentonite. It is clear that, for a given accessible porosity (which is inversely correlated to the degree of saturation), the gas permeability is lower for the MX-80 bentonite. The different grain size distribution could account for this difference, since the MX-80 bentonite has a finer grain size (Figure 1) and this has a repercussion on the hydraulic properties of the unsaturated material. However, the saturated permeability to water is similar for both materials when compacted to the same dry density, or even lower in the case of FEBEX (Villar 2005). This can be attributed to the homogenisation of porosity that takes place upon

saturation, which erases the effects of the initial grain size distribution.

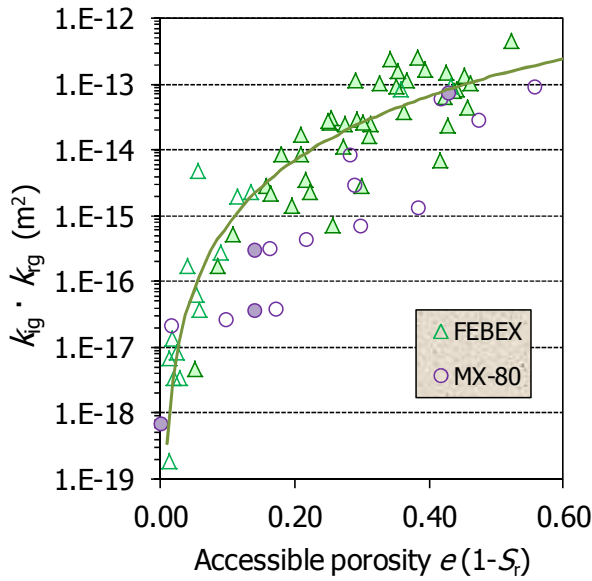


Figure 9. Gas permeability as a function of the accessible porosity for samples tested in the unsteady-state permeameter (open symbols) and the steady-state permeameter (filled symbols).

In gas flow through permeable materials with small pores, the mean free path of the molecules (that is, the mean distance between kinetic collisions) may become comparable to the pore size. The viscous drag is no longer transferred completely to the pore walls and the flow behaves as though there were slippage at the gas-solid interface. It is acknowledged that this would lead to the measured permeability becoming a function of pressure and to an overestimation in the permeability known as the gas slippage or the Klinkenberg effect. It is corrected for by making permeability measurements with gas at multiple pressure differences and constructing a graph of the measured apparent permeability ($k_{ig} \cdot k_{rg}$) against the reciprocal of the mean pressure in the samples. The mean pressure (P_{mn}) is the average of the upstream (P_{up}) and downstream (P_{dw}) pressures in Equation 1. The points should lie on a straight line which intersects the y-axis at $1/P_{mn} = 0$. This value effectively represents the permeability at which the gas is compressed by infinite pressure and becomes a near perfect liquid and is known as Klinkenberg apparent permeability.

This method was applied for the tests performed with the steady-state equipment, in which different upstream and downstream pressures were applied to measure gas permeability. For the FEBEX samples, the results were grouped according to the effective pressure applied (Villar et al. 2012b). The slopes of the fittings were in general very small, because the influence of the mean pressure on the permeability value was not significant (Figure 10). The Klinken-

berg apparent permeability values obtained for a given effective pressure were on average the same as the average of all the values measured for the same effective pressure range. This would mean that the injection and backpressures applied did not have a large influence on permeability. For this reason it is considered that the Klinkenberg effect was not relevant in the range of pressures applied.

Figure 10 shows in addition that the effect of effective pressure on gas permeability was not remarkable, and in many cases the same fitting was valid for the different effective pressures, probably due to the fact that they were well below the compaction pressure of the samples.

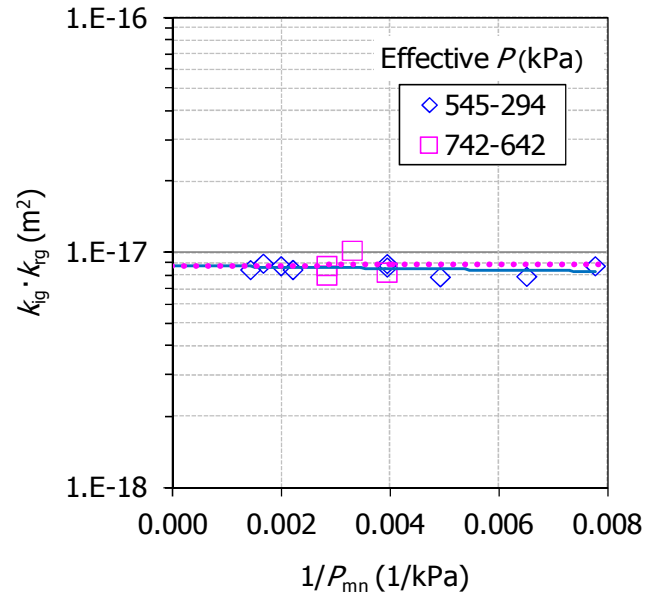


Figure 10. Measured permeability versus inverse of mean pressure (P_{mn}) in a FEBEX sample ($\rho_d=1.76 \text{ g/cm}^3$, $w=19\%$).

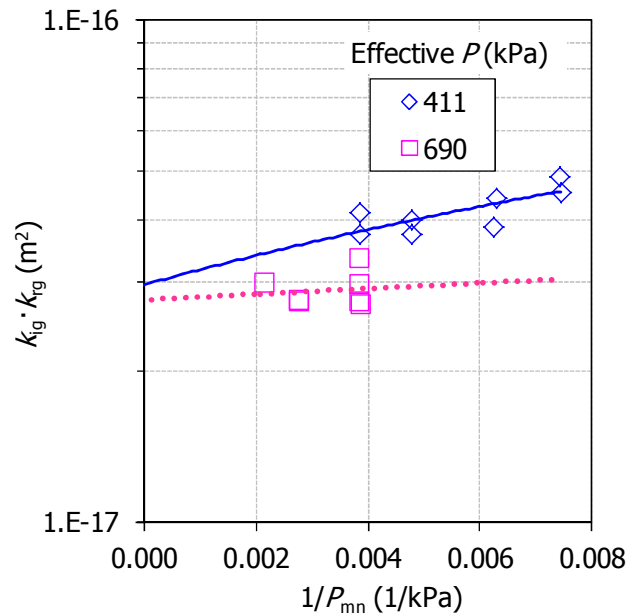


Figure 11. Measured permeability versus inverse of mean pressure (P_{mn}) in an MX-80 sample ($\rho_d=1.75 \text{ g/cm}^3$, $w=16\%$).

Figure 11 shows the same kind of plot for measurements performed on an MX-80 sample. In this case the effect of effective pressure on permeability was more remarkable, but the permeability values corrected for the Klinkenberg effect were similar or slightly lower than the non-corrected ones.

5 CONCLUSIONS

The effect of dry density and water content on gas permeability was checked for two different bentonites compacted at dry densities of between 1.4 and 1.8 g/cm³ with different water contents. Gas permeability was greatly affected by dry density, decreasing about three orders of magnitude when it increased from approximately 1.5 to 1.8 g/cm³ for similar water content. The increase of water content caused also a clear decrease in gas permeability. It was found that gas permeability was mainly related to the accessible porosity (inversely related in turn to the degree of saturation), decreasing as it decreases following a potential law with exponent close to 3. The gas permeability values obtained for the MX-80 bentonite were lower than those obtained for FEBEX compacted to similar dry density and water content. This could be explained by the finer grain size of the former.

Gas permeability was also measured for different confining, injection and backpressures. For gas pressures below 1.2 MPa no significant effect of the injection or confining pressures on the value of permeability was detected. However, gas permeability tended to be slightly lower as the effective pressure increased, either by the increase in confining pressure or by the decrease in backpressure or injection pressure, particularly for the MX-80 bentonite.

It was checked that the Klinkenberg effect was not significant for these materials in the range of pressures applied in the tests.

With the pressures applied it was not possible to measure gas permeability for degrees of saturation higher than 97%, which could be considered the limit above which no two-phase flow (without significant deformation of the pore space) takes place.

ACKNOWLEDGEMENTS

The research leading to these results received funding from the European Atomic Energy Community's Seventh Framework Programme (FP7/2007-2011) under Grant Agreement n°230357, the FORGE project, and from ENRESA under the ENRESA/CIEMAT General Agreement. The laboratory work was performed by Ramón Campos and Juan Aroz, from CIEMAT. Vanesa Gutiérrez-Rodrigo had

a grant for research personnel training from CIEMAT.

REFERENCES

- ENRESA, 2000. FEBEX PROJECT. Full-scale engineered barriers experiment for a deep geological repository for high level radioactive waste in crystalline host rock. Final report. *Publicación Técnica ENRESA* 1/2000, Madrid, 354 pp.
- ENRESA, 2006. FEBEX Full-scale Engineered Barriers Experiment, Updated Final Report 1994-2004. *Publicación Técnica ENRESA* 05-0/2006, Madrid, 590 pp.
- Villar, M.V., 2002. Thermo-hydro-mechanical characterisation of a bentonite from Cabo de Gata. A study applied to the use of bentonite as sealing material in high level radioactive waste repositories. *Publicación Técnica ENRESA* 01/2002, Madrid, 258 pp.
- Villar, M.V. 2005. MX-80 bentonite. Thermo-hydro-mechanical characterisation performed at CIEMAT in the context of the Prototype Project. *Informes Técnicos CIEMAT* 1053. CIEMAT, Madrid, 39 pp.
- Villar, M.V., Lloret, A., 2001. Variation of the intrinsic permeability of expansive clay upon saturation. 259-266 in *Clay Science for Engineering*. ADACHI, K. & FUKUE, M. (editors), Rotterdam: Balkema. ISBN 90 5809 175 9.
- Villar, M.V.; Martín, P.L.; Romero, F.J., Barcala, J.M. & Gutiérrez-Rodrigo, V. 2012a. Gas transport through bentonite: influence of dry density, water content and boundary conditions. In: Skoczylas, F.; Davy, C.A.; Agostini, F. & Burlion, N. (eds.): *Propriétés de Transfert des Géomatériaux*. Transfert 2012, Actes du Colloque: 379-389.
- Villar, M.V.; Gutiérrez-Rodrigo, V.; Martín, P.L.; Romero, F.J. & Barcala, J.M. 2012b. Results of the tests on bentonite (Part 2). FORGE Deliverable 3.27. Informe Técnico CIEMAT/DMA/2G207/07/12. December 2012. CIEMAT, Madrid, 52 pp.

Gas-breakthrough pressure of FEBEX bentonite

VANESA GUTIÉRREZ-RODRIGO, MARÍA VICTORIA VILLAR*,
PEDRO LUIS MARTÍN, FRANCISCO JAVIER ROMERO &
JOSÉ MIGUEL BARCALA

CIEMAT, Avenida Complutense 40, 28040, Madrid, Spain

**Corresponding author (e-mail: mv.villar@ciemat.es)*

Abstract: The gas-breakthrough pressure values in saturated FEBEX bentonite were determined for different dry densities and sample sizes. They increased clearly with dry density and were always higher than the swelling pressure of the bentonite. In high-density samples, gas flow tended to stop abruptly after breakthrough, whereas, in lower density samples, gas flow decreased gradually until a given pressure gradient was reached. The permeabilities computed after breakthrough (which usually did not stabilize) were inversely related to dry density. This would indicate that, despite the fact that flow took place through preferential pathways, the bentonite matrix and its swelling conditioned the ease of pathway formation. These paths sometimes closed quickly after breakthrough and others remained open, allowing a gradual decrease in gas flow. After saturation of the bentonite, the same breakthrough pressures and permeabilities were found, pointing to the perfect healing of these preferential pathways. A sealed interface along the bentonite did not seem to affect the breakthrough pressure or permeability values.

Geological disposal is the preferred, internationally accepted option advanced for wastes with high levels of radioactivity or significant contents of long-lived radionuclides. The safety of repositories for radioactive waste is based on the multiple barrier concept, whereby both engineered and natural barriers between the waste and the surface act in concert to contain the wastes (Chapman & McCombie 2003). Deep geological repository concepts for nuclear waste disposal usually include a clay barrier around the waste containers, which is the main retarding/retention component once the failure of the canister and the oxidation/dissolution of the combustible matrix are produced. Bentonites or bentonite-based materials have frequently been proposed to construct this buffer around the waste container because of their high retention capacity, low permeability and high swelling ability.

The heat released by the waste will induce a thermal gradient through the bentonite barrier, while groundwater will tend to flow into it. As a consequence, coupled thermal, hydraulic, mechanical and geochemical processes will take place during the transient period of the repository life. Most models predict that full saturation of the barrier will be reached before the dissipation of the thermal gradient, which will take place between 100 and 1000 years after deposition, depending on the particular characteristics of the repository. Gas will be generated within the repository by several mechanisms, such as the anaerobic corrosion of metals, the microbial degradation of organic wastes and

the radiolysis of water, which generate hydrogen, oxygen, methane and carbon dioxide.

To assess the performance of the repository as a whole (waste, buffer, excavation disturbed zone (EDZ), host rock) and, in particular, its gas transport properties, understanding gas generation and migration is vital. The gas pressure could rise and build up if the generation rates are higher than the rate by which gas is transported away within the repository. When the pressure of the accumulated gas reaches the breakthrough value, the repository structure and properties might be affected and contaminated water driven into the geosphere. Thus, the knowledge of the movement of gases through the repository structure is required to determine the magnitude of these effects and the need to accommodate them in the repository design and safety calculations. This was the focus of the research in the integrated, multidisciplinary project FORGE, in which CIEMAT participated in tasks related to the determination – in the laboratory – of gas permeability and breakthrough pressure as a function of dry density, water content and pressure in bentonite buffer materials and their interfaces.

Materials

The material used in the laboratory tests was the Spanish FEBEX bentonite, which was extracted from the Cortijo de Archidona deposit (Almería, Spain). The processing at the factory consisted of

disaggregation and gently grinding, drying at 60 °C and sieving at 5 mm. The physicochemical properties of the FEBEX bentonite, as well as its most relevant thermohydrummechanical and geochemical characteristics, obtained during the projects FEBEX I and II were summarized in the final reports of the project (ENRESA 2000, 2006).

The montmorillonite content of the FEBEX bentonite is above 90 wt% ($92 \pm 3\%$). The smectitic phases are actually made up of a smectite–illite mixed layer, with 10–15 wt% of illite layers. In addition, the bentonite contains variable quantities of quartz (2 ± 1 wt%), plagioclase (3 ± 1 wt%), K-feldspar (traces), calcite (1 ± 0.5 wt%), and cristobalite–trydimite (2 ± 1 wt%).

The cation exchange capacity is 102 ± 4 meq/100 g, the main exchangeable cations being calcium (35 ± 2 meq/100 g), magnesium (31 ± 3 meq/100 g) and sodium (27 ± 1 meq/100 g). The predominant soluble ions are chloride, sulphate, bicarbonate and sodium.

The liquid limit of the bentonite is $102 \pm 4\%$, the plastic limit $53 \pm 3\%$, the density of the solid particles 2.70 ± 0.04 g cm⁻³ and 67 \pm 3% of particles are smaller than 2 μ m. The hygroscopic water content in equilibrium with the laboratory atmosphere (relative humidity $50 \pm 10\%$, temperature 21 ± 3 °C, total suction about 100 MPa) is $13.7 \pm 1.3\%$. The external specific surface area is 32 ± 3 m² g⁻¹ and the total specific surface area is 725 m² g⁻¹.

The saturated hydraulic conductivity to deionized water (k_w , m s⁻¹) of samples of FEBEX bentonite compacted at different dry densities is exponentially related to dry density (ρ_d , g cm⁻³). A distinction may be made between two different empirical fittings depending on the density interval:

for dry densities of less than 1.47 g cm⁻³:

$$\log k_w = -6.00\rho_d - 4.09 \quad (1)$$

for dry densities in excess of 1.47 g cm⁻³:

$$\log k_w = -2.96\rho_d - 8.57 \quad (2)$$

The determinations were performed at room temperature. The variation in the experimental values with respect to these fittings is smaller for low densities than it is for higher values, with an average – in absolute values – of 30%.

The swelling pressure (P_s , MPa) of FEBEX samples compacted with their hygroscopic water content and flooded with deionized water up to saturation at room temperature and constant volume conditions can be related to dry density (ρ_d , g cm⁻³) through the following equation:

$$\ln P_s = 6.77\rho_d - 9.07 \quad (3)$$

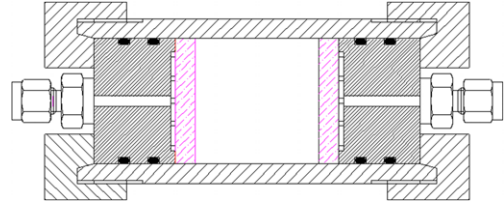


Fig. 1. Cell for the measurement of breakthrough pressure in bentonite.

In this case, the difference between experimental values and this fitting is, on average, 25%. This dispersion, which is wider for higher dry densities, is due both to the natural variability of bentonite and to the measurement method used, which does not allow high degrees of accuracy.

Methodology

A series of stainless steel cells were designed and manufactured to perform gas-breakthrough tests in saturated bentonite. The cells consisted of a body, pistons with O-rings at both ends of the samples and threaded caps (Fig. 1). The samples – 3.8 and 5.0 cm in diameter, and 2.0 and 5.0 cm in height – were obtained by uniaxial compaction of the bentonite with its hygroscopic water content directly inside the cell body.

The samples for tests on bentonite interfaces were prepared by uniaxially compacting cylindrical specimens that were later longitudinally cut with a saw (Fig. 2, left). The clay was compacted with its hygroscopic water content to dry densities of between 1.6 and 1.8 g cm⁻³. After cutting the cylinders, the halves were put together inside stainless steel cells such as those described above – 3.8 cm internal diameter and 5 cm height (Fig. 2, right) – with several layers of geotextile on the top and bottom. The cutting process implied mass loss and, consequently, a reduction in overall dry density.



Fig. 2. Appearance of sample BTJ17_38 prepared for bentonite interface testing and of sample BTJ16_38 prior to saturation inside the cell.

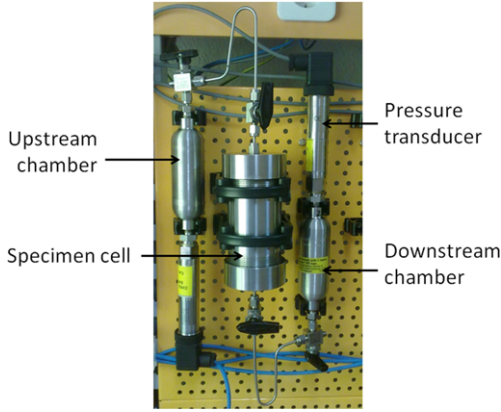


Fig. 3. Set-up for the measurement of breakthrough pressure in bentonite.

Overall, the tests, both in sound samples and those with a joint, followed these phases:

- (1) Saturation of the bentonite with deionized water by applying injection pressures of 0.2–0.6–0.8 MPa initially on one side and then on both. This pressure was sometimes increased to values of up to 1.2 MPa. In the samples with joints, care was taken to apply very low pressures at the beginning of saturation. The water intake during the saturation phase was usually measured online and finally checked by weight difference. Once saturated, the filters through which saturation occurred were removed and replaced by dry filters before moving the cells to the set-up shown in Figure 3, in which both sides of the cells were connected to gas chambers equipped with pressure transducers.
- (2) An initial pressure of 400 kPa was fixed in the upstream chamber, while a vacuum of 260 mbar-absolute was applied to the downstream chamber. The pressure in the upstream chamber was increased every 24 h by 200 kPa until breakthrough occurred. Then flow through the sample was allowed until the pressures in both chambers stopped changing. Gas permeability could be computed from these pressure changes. Once flow stopped, the pressure in the downstream chamber was decreased every 24 h by 200 kPa, in order to increase the hydraulic gradient and, if flow did not occur, the pressure in the upstream chamber was increased following the previous procedure. Once a new breakthrough took place, the pressures in the two chambers were allowed to stabilize again. In some cases, this procedure was repeated again in order to obtain a new breakthrough.

- (3) After flow stopped, the tubes were checked for signs of water, and the cells were removed from the set-up, weighed and measured and set for resaturation. After this phase, the samples were weighed and measured, and the filters replaced with dry ones.
- (4) The cells were moved to the gas-breakthrough set-up and the procedure described in phase (2) was repeated.

Nitrogen gas was used in phases (2) and (4), and the pressure in both chambers was measured by means of pressure transducers. There was no further water supply once the gas pressures started to be applied: that is, during phases (2) and (4) of the tests. At the end of the tests, the bentonite specimens were measured and weighed, and the water content and dry density at three or two levels (depending on their height) along the cylindrical specimens were determined. To determine the dry mass, the samples were oven-dried at 110 °C for 48 h, and, to compute the dry density, the volume of the same specimens was determined by immersing them in mercury prior to drying.

After breakthrough, the flow of gas under the imposed pressure gradient could be estimated from the decay of the pressure difference across the sample with elapsed time, as in a variable head permeameter. An indirect method was used to determine the volumetric flow rate entering or exiting the sample (Loosveldt *et al.* 2002). The mean volumetric flow rate, Q_m , was calculated as:

$$Q_m = V_v \left(\frac{\Delta \rho}{\rho} \right) \frac{1}{\Delta t} \quad (4)$$

where V_v is the volume of the chamber (inlet or outlet, *c.* 50 or 75 cm³), $\Delta \rho / \rho$ is the relative change in gas density and Δt is the time interval in which the change in gas density took place. To compute the change in gas density for almost steady-state conditions, it has to be taken into account that the (mass) flow rate (in standard conditions) is constant everywhere in the system at any pressure. From the equation of state for real gases:

$$\left(\frac{PV}{ZT} \right)_{\text{MEASURED}} = \left(\frac{PV}{ZT} \right)_{\text{STP}} \quad (5)$$

where P (kPa), T (K) and V (m³) are the actual conditions of pressure, temperature and volume, respectively; $Z(T, P)$ is the compressibility factor that expresses the deviation between compressibility (density) of the real gas and the ideal gas at identical conditions of temperature and pressure. The subscripts indicate the conditions of measurement

or the standard conditions (STP: $T_0 = 273.15$ K and $P_0 = 101.325$ kPa).

The application of the real gas law immediately gives the value of p :

$$\rho = \rho_0 \frac{P}{P_0} \frac{T_0}{T} \frac{Z_0}{Z} = \frac{M}{V_0} \frac{P}{P_0} \frac{T_0}{T} \frac{Z_0}{Z} \quad (6)$$

where ρ_0 (kg m^{-3}) is the density and V_0 ($\text{m}^3 \text{mol}^{-1}$) is the molar volume ($0.0224143 \text{ m}^3 \text{mol}^{-1}$) of the supposedly ideal gas at reference conditions (STP); M (kg mol^{-1}) is the molecular weight of the gas, and T (K) and P (kPa) are the actual conditions.

Fluid physics equations and experimental observations have led to the determination of the Z values, which are listed in numerical tables (L'Air Liquide 1976). They show that the Z value for nitrogen in the range of pressure and temperature of our tests corresponding to the maximal difference with respect to the ideal gas is 0.99364 (N_2 at 20°C and 48 bar-absolute). This Z value indicates an underestimation of 0.64% in the actual density value when the gas is considered ideal and pressures are used to obtain the flow rate.

Note that when the actual densities deduced from equation (6) are introduced into equation (4), the compressibility factor Z is eliminated from the equation. If the test is considered isothermal, then:

$$Q_m = V_v \left(\frac{\Delta P}{P_{av}} \right) \frac{1}{\Delta t} \quad (7)$$

where ΔP (kPa) is the pressure change and P_{av} (kPa) is the average pressure (upstream or downstream) in the chamber (inlet or outlet) during the time interval considered.

The computation of permeability (intrinsic permeability measured with gas flow, k_{ig} (m^2), multiplied by the relative permeability to gas, k_{rg}) from the pressure decrease was performed by applying the following equation for incompressible media with compressible pore fluids (Scheidegger 1974):

$$k_{ig} k_{rg} = [V_v]_{up,dw} \left(\frac{\Delta P}{P_{av}} \right)_{up,dw} \frac{1}{\Delta t} \frac{\mu_g L}{A} \frac{2 P_m}{(P_{up}^2 - P_{dw}^2)} \quad (8)$$

where A (m^2) is the sample surface area, μ_g (Pa s) is the fluid dynamic viscosity, L (m) is the sample length, P_{up} and P_{dw} (kPa) are the upstream and downstream pressures applied at the top (inlet) and the bottom (outlet), respectively, of the sample, and P_m (kPa) is the pressure of the measured flow. In this kind of test, the pressure of the measurement P_m (kPa) and the average pressure of the interval P_{av} (kPa) are the same.

The accuracy of this analysis depends on the assumption that the gas behaved as an ideal gas and that a pseudo-steady-state flow was established: that is, that the quantity of gas exiting the high-pressure vessel was approximately equal to that entering the low-pressure vessel. The permeability coefficient thus measured represents the sum of the permeability coefficient of the material and any additional contribution (cracks or incomplete sealing between sample and body cell). So the measured value could be higher than the permeability coefficient of the material and, therefore, the best value of the permeability coefficient of the material would be the lowest value obtained in a series of tests.

Results

The breakthrough tests were performed in samples previously saturated in stainless steel cells to which progressive higher gas pressures were applied at one end while the other end was under vacuum. Once the breakthrough was achieved, gas flow through the sample was allowed until no pressure change was recorded in the chambers connected to the sample's ends. The pressure change over time was used to compute the gas permeability, as explained above. There was no further water supply once the gas pressures started to be applied, and the swelling of the bentonite was considered enough to guarantee that gas did not flow between the bentonite and the cell walls.

The characteristics of the samples prepared for the breakthrough tests are shown in Table 1. In most cases, a dry density decrease was observed after saturation due to the slight expansion allowed by the cell and the geotextile used in some cases as a saturation interface. Hence, the breakthrough pressures and permeabilities reported below correspond to the dry densities after saturation.

Breakthrough pressure

Figure 4 shows the evolution of pressure in the upstream and downstream chambers in test BT14_38. The breakthrough was usually indicated by a sudden change in the pressure value of the chambers. The pressure changes were usually simultaneous in both chambers, although, in some cases, the pressure decrease in the upstream chamber occurred some time before the beginning of the pressure increase in the downstream chamber (Fig. 5). The first moment could be considered the air entry and the second one the actual breakthrough. The pressure difference between the inflow and outflow chambers at both moments was very similar. The pressure decline in the injection

Table 1. Characteristics of the samples saturated for the breakthrough-pressure tests (the samples with a reference starting with a BTJ contained a joint)

Reference	Initial ρ_d (g m^{-3})	Initial w (%)	Diameter (cm)	Initial height (cm)	Saturation time (days)	Saturation (P) (kPa)	w after saturation (%)	ρ_d after saturation (g m^{-3})
BT13_50(2)	1.32	14.1	5.0	5.0	172	200–600	39.0	1.27
BT14_38	1.41	14.6	3.8	5.0	82	600	31.0	1.48
BT14_50	1.49	14.7	5.0	5.0	79	600	35.2	1.37
BT15_38	1.51	13.6	3.8	5.0	174	600–1000	27.9	1.53
BT15_50	1.61	13.6	5.0	5.0	154	600–1000	30.3	1.49
BT16_38	1.60	13.7	3.8	2.0	180	200–600	35.6	1.41
BT17_38	1.69	14.3	3.8	2.0	222	1000	31.6	1.54
BTJB17_38	1.48	13.7	3.8	5.0	167	200–800	35.8	1.40
BTJB18_38	1.67	14.7	3.8	5.0	228	600–800	29.4	1.53

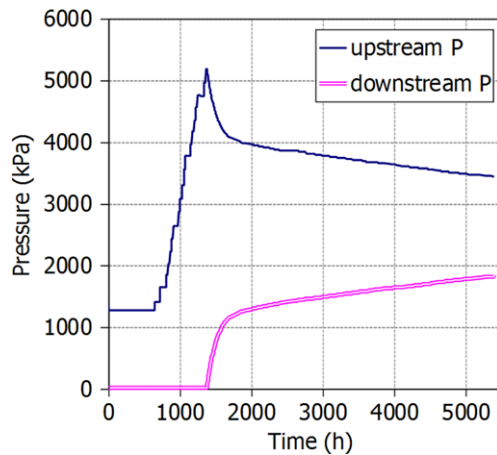
chamber between air entry and breakthrough would mean that a certain gas volume was stored in the sample, which could happen by compression of the pores or by displacement of water. In most cases, at the beginning of the test the pressure in the downstream chamber increased almost immediately by a few kPa, what could be explained by the evaporation of water at the sample surface (the equilibrium water vapour pressure at 25 °C is approximately 3 Pa). However, no water was generally observed in the downstream lines after dismounting of the tests.

In some cases, particularly when the sample had already experienced a breakthrough episode, the pressure changes were not so sharp, as shown in Figure 6 for a sample compacted to an initial dry density of 1.7 g m^{-3} . In fact, the second and third breakthroughs tended to take place at a lower

pressure gradient (Fig. 7), which could be explained by the fact that the samples did not receive any water supply during the gas test and, thus, they could have slightly dried out during it. In fact, the water content of the samples after the BT tests decreased systematically, although only by an average of 0.8%. Horseman *et al.* (1999) considered that gas bubbles remaining in the pathways would help in their new opening. The breakthrough pressure values plotted in Figure 7 correspond to the differences in pressure between the upstream and downstream chambers at the moment of breakthrough. However, when the flow of gas stopped quickly after breakthrough, the following breakthrough would generally occur as a similar pressure difference between both deposits was again reached, which indicates that the gas pathway sealed after the first breakthrough (Fig. 8). After resaturation, the breakthrough pressures were similar to those obtained after the first saturation, which can also be observed in Figure 7.

The breakthrough pressures obtained in the first breakthrough are shown in Figure 9 as a function of the dry density of the samples after saturation. The breakthrough pressure values increased clearly with dry density, and they were always higher than the swelling pressure of the bentonite. The results obtained in samples with a sealed joint have also been plotted in Figure 9. The values are in the order of those obtained in samples of the same dry density without a joint, which indicates that a sealed interface along the bentonite had no effect on the breakthrough pressure values.

Some authors have tried to relate the breakthrough pressure of a material to their air entry value (Hildenbrand *et al.* 2002). The air entry value corresponds to the suction value above which air starts to enter the pores of the material in a drying path. The air entry value can be approximated from the shape of the water-retention curve. The

**Fig. 4.** Evolution of pressure in the upstream and downstream chambers during phase (2) of test BT14_38.

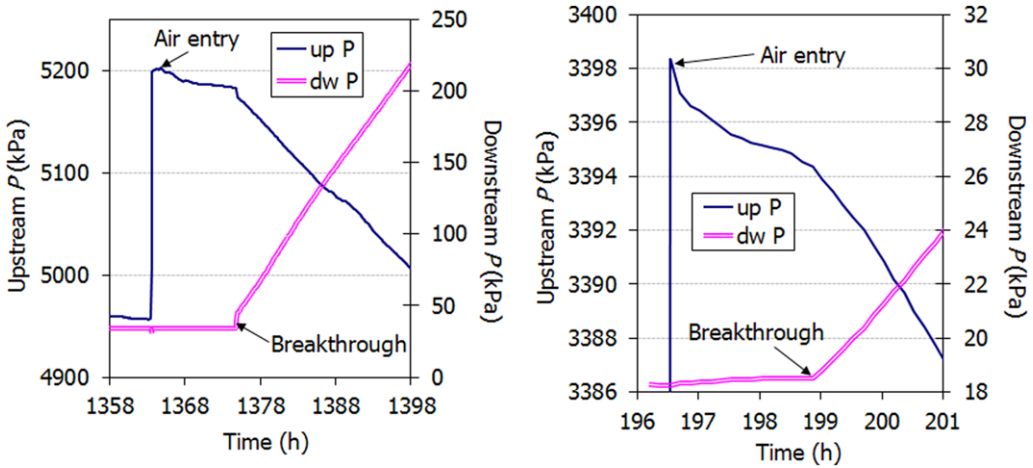


Fig. 5. Evolution of pressure in the upstream and downstream chambers during the first breakthrough episodes in phase (2) of tests BT14_38 (left) and BT16_38 (right).

water-retention curve was determined for the FEBEX bentonite compacted at different dry densities under constant volume (Villar & Gómez-Espina 2009), which is the strain situation under which the samples remained during the gas tests. The results were fitted to an empirical expression in which the parameter P_0 is related to the air entry pressure (Villar *et al.* 2012b). The value obtained was 25 MPa for a dry density of 1.6 g m^{-3} . This value is much higher than the breakthrough pressures determined in the tests presented in this work; the dry density is also above the range of final dry densities of the samples tested for breakthrough. In addition, in the breakthrough tests reported here, it was observed that the change in water content

during the gas test was only between 0.1 and 1.9%, which points more to a mechanical process than to a two-phase-flow episode.

The effect of the size of the samples on the breakthrough pressures obtained was checked using samples of two different heights (2 and 5 cm) and diameters (3.8 and 5.0 cm). Although there are not enough results to reach a conclusion, the observations obtained so far suggest the possibility that the size of the samples had an effect on the breakthrough pressure. The probability of establishing the conductive pathways for gas flow (percolation) would be higher for samples with higher surface and lower thickness.

Gas permeability

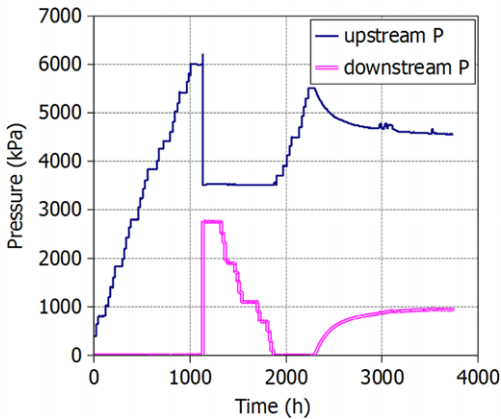


Fig. 6. Evolution of pressure in the upstream and downstream chambers during phase (2) of test BT17_38, including two BT episodes.

Equation (8) was used for the computation of permeability over short periods of time (10 min) corresponding to successive pressure changes (ΔP). Owing to the changes in temperature in the laboratory and to the uncertainties inherent in the sensors and data acquisition system, oscillations in pressure were recorded (even if there was a constant increase or decrease trend) and this gave rise to a quite large dispersion in the permeability values computed, especially as the change of pressure in the chambers became smaller. To avoid this outcome, it was considered advisable to fit the pressure values to an equation and to compute permeability from the values resulting from the fitted equations. An approximating function is also the finest form of data smoothing in the time domain. It can also be differentiated or integrated, both numerically and analytically, which results in far more accurate aspects of data analysis. Since a parametric model is

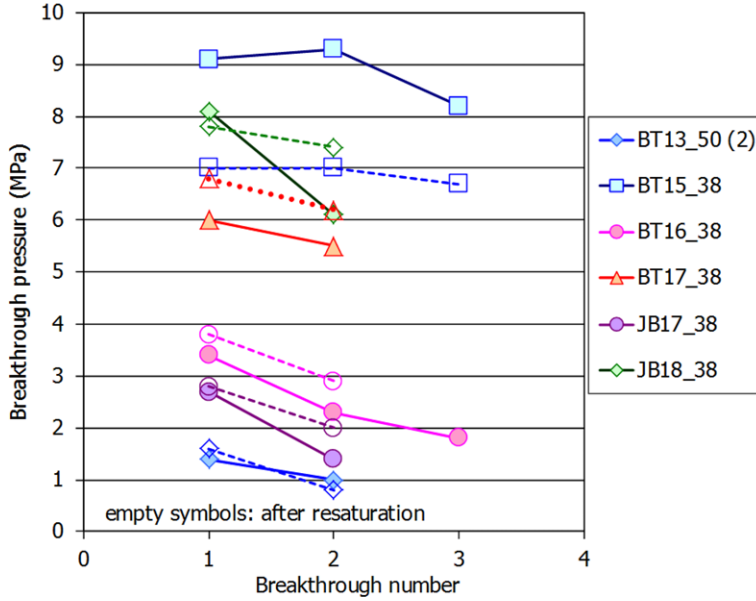


Fig. 7. Subsequent gas-breakthrough pressures measured after saturation (phases 2 and 4) for samples of different dry density (indicated in Table 1).

also a continuous function, smooth data can be reconstructed at exactly the time values and density desired (SYSTAT 2002).

The equations used to fit the pressure evolution (P , bar) over time (t , h) were a first- and second-order independent decay, intercept form, for the decrease of pressure (equation 9), and a first- and second-order independent formation, intercept form, for the increase of pressure (equation 10):

$$P = a + b \exp(-ct) + \frac{d}{1 + (de)t} \quad (9)$$

$$P = a + b(1 - \exp(-ct)) + d \left(1 - \frac{1}{1 + (de)t} \right) \quad (10)$$

where a , b , c , d and e are fitting parameters.

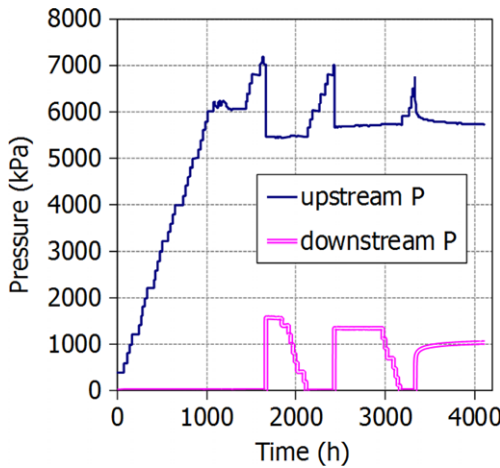


Fig. 8. Evolution of pressure in the upstream and downstream chambers during phase (4) of test BT15_38.

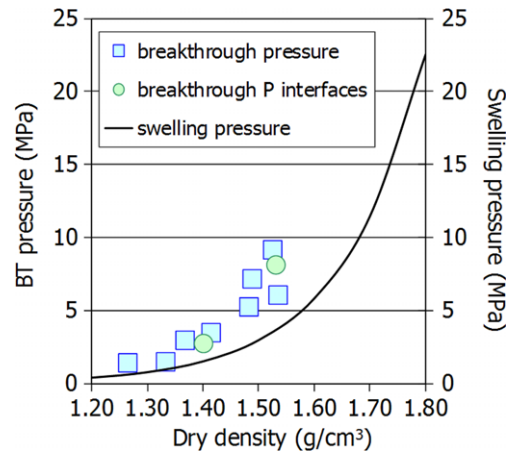


Fig. 9. Gas-breakthrough pressure values for saturated bentonite samples compacted at different dry density and theoretical swelling pressure (equation 3).

An example of the improvement achieved with this procedure is shown in Figure 10. The permeability values computed from the pressure values measured show a large dispersion, whereas those computed from the pressure values fitted with equation (9) show a steady, clear trend. The goodness of the pressure fitting is also highlighted.

After the sudden pressure changes recorded during breakthrough, it can be assumed that two-phase flow takes place when the change in pressure in both chambers becomes gradual, which does not always occur. The computation of gas permeability would make sense only when two-phase flow along the sample has been established. So, in cases such as the one in Figure 8, the computation of permeability makes no sense because the gas passage is 'instantaneous' and probably takes place by processes other than two-phase flow. Further, permeability usually decreases over time, as the pressure difference between both chambers decreases (Fig. 11). Below a certain pressure difference, no flow occurred and the pressures in both chambers remained unchanged – indicating the closing of pathways – until another pressure step was forced. In a few cases, a stable permeability value was finally achieved, as shown in Figure 10

The gas permeability values computed after breakthrough are plotted in Figure 12 as a function of the dry density of the samples. Since the samples were saturated, lower dry densities overall indicate

higher a water content. The permeability values correspond to the average of the values computed from the pressure increase and decrease once they were stable, which usually coincided. Nevertheless, in most cases permeability did not stabilize and only the lowest value obtained is plotted in Figure 12. There is a trend for the permeability values to increase as the dry density decreases (i.e. as the water content increases). This could indicate that, although the flow took place especially through preferential pathways, the bentonite matrix also had an influence, perhaps through the swelling pressure developed, which would condition the ease of pathway formation. Low-density samples developing a lower swelling pressure would facilitate gas transport. Indeed, the values given are only an estimation, considering that the flow is a two-phase flow. Surprisingly, the permeability after the subsequent breakthroughs tends to be similar, as though the microstructure was not modified after the first breakthrough, and this despite the fact that water was not supplied to the samples between breakthrough episodes. In addition, the permeability values after resaturation (phase 4) were of the same order as the previous ones (phase 2).

Nonetheless, the permeability values were much lower than those measured with degrees of saturation below 97%. Figure 12 shows the values presented in this work along with values determined in a previous investigation on compacted samples

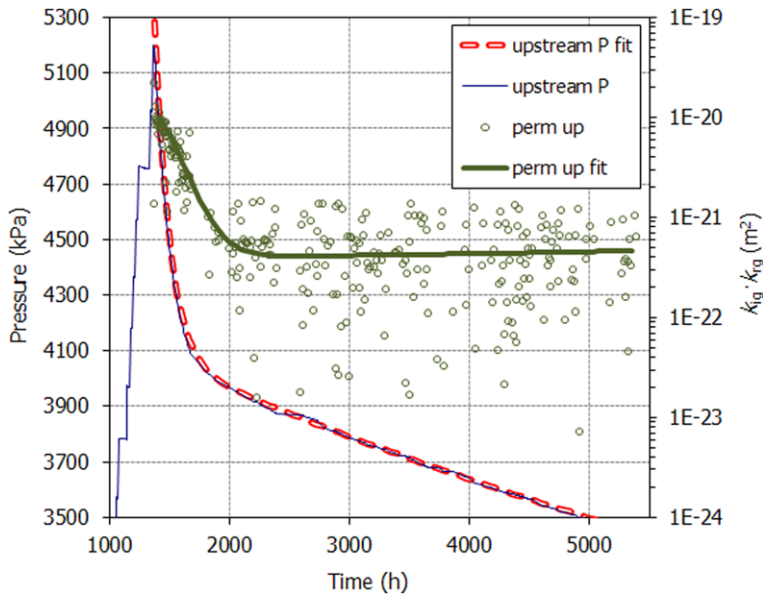


Fig. 10. Pressure decrease in the upstream chamber measured and fitted during phase (2) of test BT14_38, and permeability values computed with equation (8) from the pressure values measured and from those fitted with equation (9).

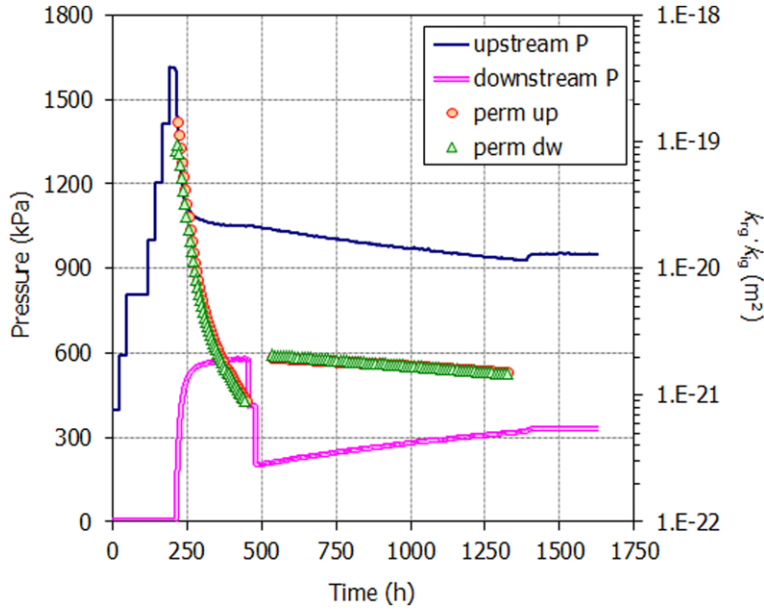


Fig. 11. Evolution of pressure in the upstream and downstream chambers during phase (4) of test BT13_50(2) and permeabilities computed from it.

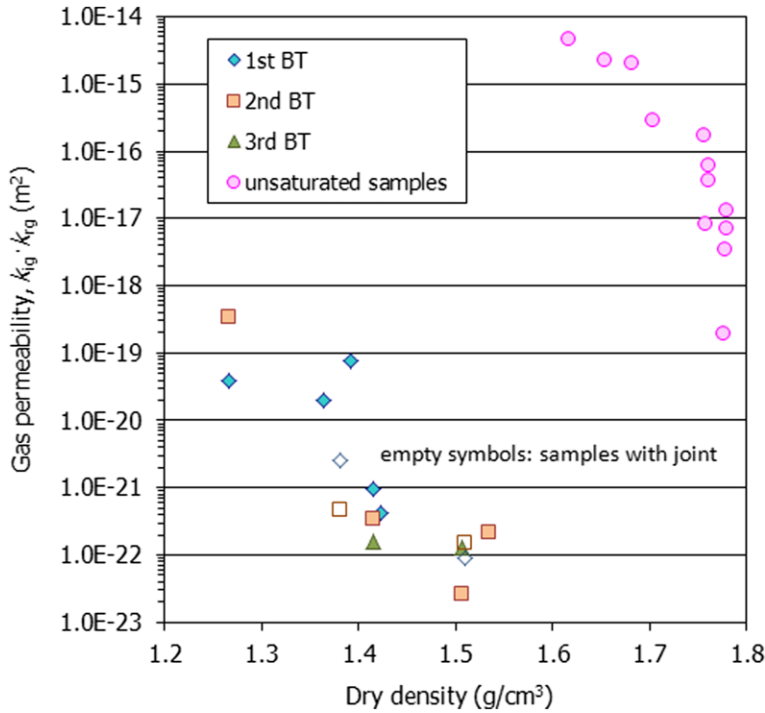


Fig. 12. Gas permeability after breakthrough computed with equation (8) in saturated bentonite samples of different dry density (this work) and in unsaturated samples (Villar *et al.* 2012a, c).

of FEBEX bentonite with degrees of saturation between 81 and 97% (Villar *et al.* 2012a, c). Although in the latter case the dry density of the samples was higher, the gas permeability values were several orders of magnitude higher, which highlights the abrupt decrease in gas permeability as water saturation is approached.

The decrease in gas permeability with degree of saturation and dry density has already been observed on clay soils by Matyas (1967), who reported a range of air permeability values over five log cycles as the degree of saturation was increased, becoming negligible as the suction approached zero. Other authors reported later similar observations: for example, Gallé (2000) on the Fo–Ca bentonite, Villar & Lloret (2001) on FEBEX bentonite and Loiseau *et al.* (2002) on a bentonite–sand mixture. In the latter case, the decrease in air permeability was drastic when the degree of saturation became higher than 85%. The filling of clay capillaries with water as the material saturates accounts for the decrease in gas permeability, as the number of pathways available for gas transport decreases. Near saturation, the modification of the microstructure in expansive materials, with the closing of macropores, strengthens this effect (Villar & Lloret 2001). Graham *et al.* (2002) considered that, in bentonite, diffuse double layers form as bound or ‘structured’ water between the clay particle surfaces and that this process can completely block small pores, create gel structures in large pores and inhibit movement of water under gas pressure gradients. These authors gave a value for the degree of saturation of 93%, above which resistance to gas breakthrough is high in bentonite.

Discussion and conclusions

The gas-breakthrough pressure values in saturated bentonite increased clearly with dry density, and were always higher than the swelling pressure of the bentonite and lower than the air-entry value. After breakthrough, the gas flow stopped either gradually or suddenly. Usually the higher density samples tended to show an abrupt gas passage that ceased quickly when the pressure difference between the upstream and downstream chambers decreased below a certain value. This would indicate that the gas paths that opened upon breakthrough were able to heal afterwards, despite the fact that no water supply was allowed during the gas tests. When the pressure gradient was again increased, breakthrough took place at values slightly lower than in the first case, particularly in the case of low-density samples. However, after resaturation of the bentonite, the same initial breakthrough pressures were usually found, pointing again to the

perfect sealing of the potential preferential pathways. Doubt remains as to whether these breakthrough values would have been lower if the same pressure gradient steps had been kept for periods of longer than 24 h. Indeed, Graham *et al.* (2002) stated that breakthrough in compacted bentonite is partly time-dependent, long durations requiring lower pressures.

The fact that the permeabilities computed after breakthrough were lower for higher dry density samples would indicate that, despite the fact that flow took place through preferential pathways, the bentonite matrix and its swelling conditioned the ease of the pathway formation. These paths sometimes closed quickly after breakthrough and others remained open, allowing a gradual decrease in gas flow. It has to be borne in mind that the permeability values were computed assuming two-phase flow as the gas-transport mechanism, owing to the lack of a better approximation.

Taking into account the results obtained in a related investigation concerning gas permeability (Villar *et al.* 2012a, c), it could be said that gas migration would involve both two-phase flow and microscopic pathway dilation. Two-phase flow seemed to take place for degrees of saturation lower than about 97% in compacted bentonite, whereas, for higher degrees of saturation pathway, dilation could be the predominant mechanism. The threshold pressure for gas entry into the bentonite was higher than the swelling pressure and seemed to be lower than the gas pressure required for fracturing (macroscopically) the material, since the samples were intact when the cells were dismantled. The stability of the pathways would depend on the degree of saturation and dry density of the samples. For partially saturated bentonite, the gas pathways seemed to be stable, since for a given hydraulic gradient there was a stable flow. However, in almost completely saturated samples of bentonite, in which it was necessary to apply a high pressure to induce flow (breakthrough pressure), when the pressure gradient dropped below a given value then flow stopped, what is interpreted as the closing of the pathways. Upon again increasing the pressure gradient, and once the previous breakthrough pressure was reached, flow resumed. This can be interpreted as being due to the reversibility of the closing–opening of paths previously opened. Nonetheless, the drop in effective gas permeability when approaching full saturation is that of several orders of magnitude.


The research leading to these results received funding from the European Atomic Energy Community’s Seventh Framework Programme (FP7/2007–2011) under Grant Agreement No. 230 357, the FORGE project. The laboratory work was performed by R. Campos and J. Aroz, from CIEMAT.

References

- CHAPMAN, N. & MCCOMBIE, C. 2003. *Principles and Standards for the Disposal of Long-Lived Radioactive Wastes: Waste Management Series, Volume 3*. Elsevier, Amsterdam.
- ENRESA 2000. *FEBEX Project. Full-scale Engineered Barriers Experiment for a Deep Geological Repository for High Level Radioactive Waste in Crystalline Host Rock*. Final report. Publicación Técnica ENRESA 1/2000. Empresa Nacional de Residuos Radiactivos (ENRESA), Madrid.
- ENRESA 2006. *FEBEX Full-scale Engineered Barriers Experiment, Updated Final Report 1994–2004*. Publicación Técnica ENRESA 05-0/2006. Empresa Nacional de Residuos Radiactivos (ENRESA), Madrid.
- GALLÉ, C. 2000. Gas breakthrough pressure in compacted Fo-Ca clay and interfacial gas overpressure in waste disposal context. *Applied Clay Science*, **17**, 85–97.
- GRAHAM, J., HALAYKO, K. G., HUME, H., KIRKHAM, T., GRAY, M. & OSCARSON, D. 2002. A Capillarity-Advective model for gas break-through in clays. *Engineering Geology*, **64**, 273–286.
- HILDENBRAND, A., SCHLOMER, S. & KROOSS, B. M. 2002. Gas breakthrough experiments on fine-grained sedimentary rocks. *Geofluids*, **2**, 3–23.
- HORSEMAN, S. T., HARRINGTON, J. F. & SELLIN, P. 1999. Gas migration in clay barriers. *Engineering Geology*, **54**, 139–149.
- L'AIR LIQUIDE 1976. *Encyclopédie des Gaz*. Elsevier, Amsterdam.
- LOISEAU, C., CUI, Y. J. & DELAGE, P. 2002. Air conductivity of a heavily compacted swelling clay-sand mixture. In: JUCÁ, J. F. T., DE CAMPOS, T. M. P. & MARINHO, F. A. M. (eds) *Unsaturated Soils*. Swets & Zeitlinger, Lisse, 383–388.
- LOOSVELDT, H., LAFHAJ, Z. & SKOCZYLAS, F. 2002. Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar. *Cement and Concrete Research*, **32**, 1357–1363.
- MATYAS, E. L. 1967. Air and water permeability of compacted soils. In: *Permeability and Capillarity of Soils*. American Society of Testing Materials, Special Technical Publications, STP **417**, 160–175.
- SCHEIDEGGER, A. E. 1974. *The Physics of Flow through Porous Media*, 3rd edn. University of Toronto Press, Toronto.
- SYSTAT SOFTWARE INC 2002. *Table Curve 2D. Automated Curve Fitting and Equation Discovery, Version 5.01*. Systat Software, Inc., San Jose, CA.
- VILLAR, M. V. & GÓMEZ-ESPINA, R. 2009. *Report on Thermo-Hydro-Mechanical Laboratory Tests Performed by CIEMAT on FEBEX Bentonite 2004–2008*. Informes Técnicos CIEMAT 1178. CIEMAT, Madrid.
- VILLAR, M. V. & LLORET, A. 2001. Variation of the intrinsic permeability of expansive clay upon saturation. In: ADACHI, K. & FUKUE, M. (eds) *Clay Science for Engineering*. Balkema, Rotterdam, 259–266.
- VILLAR, M. V., GUTIÉRREZ-RODRIGO, V., MARTÍN, P. L., ROMERO, F. J. & BARCALA, J. M. 2012a. *Results of the Tests on Bentonite (Part 2). FORGE Deliverable 3.27*. Informe Técnico CIEMAT/DMA/2G207/07/12. CIEMAT, Madrid.
- VILLAR, M. V., MARTÍN, P. L., BÁRCENA, I., GARCÍA-SIÑERIZ, J. L., GÓMEZ-ESPINA, R. & LLORET, A. 2012b. Long-term experimental evidences of saturation of compacted bentonite under repository conditions. *Engineering Geology*, **149–150**, 57–69.
- VILLAR, M. V., MARTÍN, P. L., ROMERO, F. J., BARCALA, J. M. & GUTIÉRREZ-RODRIGO, V. 2012c. Gas transport through bentonite: influence of dry density, water content and boundary conditions. In: SKOCZYLAS, F., DAVY, C. A., AGOSTINI, F. & BURLION, N. (eds) *Propriétés de transfert des géomatériaux TRANSFERT 2012. Actes du colloque, Lille, France 20–22 March 2012*, 379–389.




Anexo II. Procedimiento


En el siguiente anexo se incluye el procedimiento experimental publicado por CIEMAT sobre los ensayos que pretenden determinar la presión de paso de gas ("*breakthrough*") en materiales expansivos.

	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS		Edición: 1
		Fecha: Septiembre 2017


<h2 style="margin: 0;">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS (“BREAKTHROUGH”) EN MATERIALES EXPANSIVOS</h2>
--

MODIFICACIONES RESPECTO A LA EDICIÓN ANTERIOR
--

ELABORADO:	REVISADO:	APROBADO:
<p style="text-align: center;">Vanesa Gutiérrez-Rodrigo</p> 	<p style="text-align: center;">María Victoria Villar Galicia</p> 	<p style="text-align: center;">Pedro Luis Martín Martín</p> 

	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS		Edición: 1
		Fecha: Septiembre 2017

INDICE
<p>1.- OBJETIVO 3</p> <p>2.- ÁMBITO DE APLICACIÓN 3</p> <p>3.- DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA 3</p> <p>4.- GENERALIDADES 4</p> <p>5.- DESCRIPCIÓN 4</p> <p> 5.1.- Instrumentación y materiales 5</p> <p> 5.2.- Condiciones de operación, mantenimiento y calibrado 10</p> <p> 5.3.- Metodología 11</p> <p> 5.4.- Cálculo de resultados 16</p> <p> 5.5.- Desmontaje de las muestras 20</p> <p> 5.6.- Almacenamiento de las muestras 21</p> <p>6.- REGISTROS Y DATOS 22</p> <p>7.- ANEXOS 22</p>

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS (“BREAKTHROUGH”) EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

1.- OBJETO


Este procedimiento técnico tiene por objeto describir y regular la metodología para determinar la presión de paso de gas o presión de breakthrough a través de muestras porosas expansivas completamente saturadas. Con este ensayo se puede determinar además la permeabilidad al gas y los valores de presión de *breakthrough* en muestras de diferente densidad, diámetro y altura, para comprobar el efecto que tienen estas variables sobre las propiedades de transporte de gas en el material.

2.- ÁMBITO DE APLICACIÓN

El presente Procedimiento Técnico afecta al personal de la Unidad de Geología Ambiental Aplicada que precise realizar un ensayo de este tipo en el Laboratorio de Transporte de Gas. El ensayo es aplicable a muestras de bentonita con capacidad de hinchamiento y expansión.

3.- DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA

- Gutiérrez-Rodrigo, V., Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2015). Gas-breakthrough pressure of FEBEX bentonite. In: Shaw, R. P. (Ed.), *Gas Generation and Migration in Deep Geological Radioactive Waste Repositories*. Geological Society, London, Special Publications, 415, 47-57. Publicado online en noviembre del 2014: <http://dx.doi.org/10.1144/SP415.4>.
- Gutiérrez-Rodrigo, V. (2014). Transporte de Gas en Barreras de Ingeniería. En: *Jornadas de investigación y difusión de la Ciencia*. Madrid: CIEMAT. ISBN 978-84-7834-734-6.
- Gutiérrez-Rodrigo, V., Villar, M.V., Martín, P.L. & Romero F.J. (2014). Gas transport properties of compacted bentonite. In: Khaili, N., Russell, A. & Khoshghalb, A. (Eds.), *Unsaturated Soils: Research & Applications*, vol. 2 (pp. 1735-1740). London: Taylor & Francis Group. ISBN: 978-1-138-00150-3.
- Horseman, S.T., Higgs, J.J.W., Alexander, J. y Harrington, J.F. (1996). *Water, Gas and Solute Movement Through Argillaceous Media* (pp. 231-252). Paris, France: NEA/OECD.
- Loosveldt, H., Lafhaj, Z. y Skoczylas, F. (2002). Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar. *Cement and Concrete Research*, 32, 1357-1363.
- Scheidegger, A.E. (1974). *The Physics of Flow through Porous Media*, 3^{er} ed. Toronto: University of Toronto Press.
- SYSTAT SOFTWARE INC (2002). *Table Curve 2D. Automated Curve Fitting and Equation Discovery*, Version 5.01. Systat Software, Inc., San Jose, CA.
- Villar, M.V., Martín, P.L. Gutiérrez-Rodrigo, V., Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2014). Contribution of CIEMAT to WP3 final report (chapter 8). In: Sellin, P. (Ed.), *Experiments and modelling on the behaviour of EBS*. FORGE Report D3.38, 426 p.

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS (“BREAKTHROUGH”) EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

- Villar, M.V., Gutiérrez-Rodrigo, V., Martín, P.L., Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2013). Gas transport in bentonite. Technical Report 1301. CIEMAT, Madrid, 63 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., Gutiérrez-Rodrigo, V., Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2012). Contribution of CIEMAT to WP3 final report. CIEMAT Technical Report CIEMAT/DMA/2G207/06/12. Madrid, 42 p.
- Villar, M.V., Gutiérrez-Rodrigo, V., Martín, P.L., Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2012). Results of the tests in bentonite (Part 2). FORGE Deliverable 3.27. Technical Report CIEMAT/DMA/2G207/07/12. Madrid, 60 p.
- Villar, M.V., Martín, P.L., Romero, F.J. & Barcala, J.M. (2011). Results of the tests on bentonite (Part 1). FORGE Deliverable 3.15. Madrid, 30 p.
- www.iyg.com.ec/IYG/geotex4.swf

4.- GENERALIDADES


Los materiales arcillosos se utilizan como materiales de barrera en numerosas aplicaciones, entre las que se encuentran los liners de vertederos y el almacenamiento geológico profundo de residuos radiactivos. En estos últimos está previsto el uso de barreras de ingeniería construidas total o parcialmente por bentonita. Si el material de barrera está saturado y la tasa de generación de gas excede la capacidad de difusión del gas en el agua de poro, se producirá una acumulación de gas que puede provocar una sobrepresión local sobre la barrera de ingeniería y, por tanto, el paso localizado de gas, fenómeno que se como de “*breakthrough*” (Horseman *et al.*, 1996).

Las actividades encaminadas al conocimiento y comprensión de los fenómenos relacionados con el transporte de gas en los materiales de barrera deben proporcionar la información necesaria para determinar la magnitud de estos efectos para que pueda ser incorporada en el diseño de las barreras y en los cálculos de seguridad.

Para el estudio del transporte de gas en materiales de barrera completamente saturados se diseñó el equipo que se describe a continuación (Villar *et al.*, 2011; 2012).

5.- DESCRIPCIÓN

En este equipo la muestra a ensayar se satura en una celda cilíndrica indeformable, y una vez completamente saturada, uno de sus extremos se somete a presiones de gas progresivamente mayores, hasta que se consigue el paso de gas a través de la muestra. La presión a la que esto sucede es la presión de paso de gas o breakthrough. Durante el ensayo los extremos de la muestra están conectados a depósitos estancos, uno de los cuales es el que se presuriza inicialmente. El paso de gas se reconoce por el aumento súbito de la presión en el depósito de aguas abajo (de salida), lo que suele ir precedido o acompañado de una disminución de la presión en el depósito de entrada. A partir de las diferencias de presión en ambos depósitos este ensayo permite también determinar la permeabilidad al gas (Villar *et al.*, 2011; 2012).

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

5.1 Instrumentación y materiales

5.1.1 Celda de acero

Consiste en un cuerpo de acero inoxidable cilíndrico de 100 mm de longitud y 38-50 mm de diámetro interno. Para confinar la muestra en el interior de la celda se añaden dos pistones provistos de juntas tóricas con sus respectivas tapas con rosca en ambos extremos. Las tapas tienen un orificio central a través del cual la celda se conecta al sistema de inyección/salida de gas mediante conectores de acero inoxidable (316L) de la casa SWAGELOK® (Figura 1).

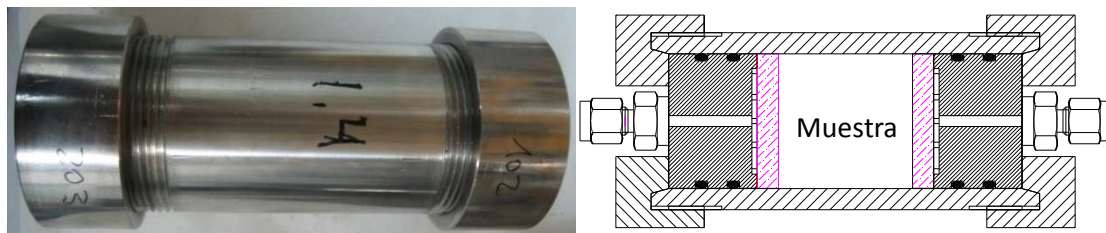


Figura 1. Imagen y esquema de la celda de acero utilizada en el ensayo de breakthrough.

5.1.2 Material para la fabricación y montaje / desmontaje de las muestras

- Balanza

Con una capacidad mínima de 250 g y precisión de $\pm 0,01$ g. Se utiliza para el pesado del material granular inicial y de la probeta tras su compactación y posteriores comprobaciones durante el ensayo, además de en su desmontaje.

- Prensa uniaxial

Se utiliza para la compactación de las muestras que tienen lugar, generalmente, en el interior de la muestra. En función de la presión de compactación necesaria, las prensas utilizadas son: una prensa manual que aplica una presión de hasta 70 MPa de la casa ENERPAC y una prensa hidráulica automática de la marca SPX Power Team de mayor presión (2 Tn).


La prensa, principalmente la manual, también se utiliza para la extracción de las muestras una vez ensayadas.

- Piedras porosas, filtros metálicos sinterizados y geotextiles

Todos ellos tienen la función de repartir el fluido (sea gas o agua) de manera homogénea sobre la superficie de la muestra. Se colocan en ambos extremos de la probeta en contacto con el papel de filtro y presentan una permeabilidad superior a la del material que se quiere ensayar.

Las piedras porosas tienen un espesor aproximado entre 5,0 y 6,0 mm y, en el caso de los filtros metálicos, de 3,0 mm. El diámetro de ambos es igual al de la muestra.

Los filtros metálicos sinterizados han sido especialmente diseñados para este tipo de ensayos. En el centro del filtro hay dos perforaciones selladas con tornillos extraíbles para facilitar su extracción después del ensayo de *breakthrough*.

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS (“BREAKTHROUGH”) EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

Los geotextiles presentan una porosidad aproximada del 80 % (www.iyg.com.ec) y en su conjunto (5 unidades aproximadamente) se pretende conseguir un espesor aproximado entre 3,0 y 6,0 mm (semejante a las piedras porosas y filtros metálicos sinterizados).

- **Papel de filtro Whatman 54**

Usado para prevenir el taponamiento de las piedras porosas o filtros sinterizados con las partículas del material, por lo que se coloca entre estos y la muestra. Con un espesor comprendido entre 0,16 y 0,18 mm y se recortan con el mismo diámetro que la muestra.

- **Estufa**

Establecida a una temperatura comprendida entre 105 y 110 °C. Se utiliza para el secado de la muestra al finalizar el ensayo con la intención de determinar la humedad.

- **Equipo ultrasonidos**

Para limpiar las piedras porosas y los filtros antes y después de cada ensayo.

- **Varios**

Espátula, tijeras, calibre, guantes, cápsulas, papel de laboratorio, etc.

5.1.3 Material para la saturación de la muestra

- **Impreso**

Los datos del ensayo de saturación se apuntan FICHA nº1 (Anexo) junto con los correspondientes a la fabricación de la probeta y desmontaje de la probeta.


- **Agua desionizada y desaireada**

Al agua desionizada se le somete a un tratamiento de desaireado previamente a la puesta en marcha del ensayo de saturación.

- **Equipo experimental**

Para el ensayo de saturación, las muestras se conectan a un **controlador de presión** con el que se les aplica una presión de agua fija durante largos periodos de tiempo. Se dispone de varios controladores de presión con el fin de saturar muestras en paralelo. Los controladores son de dos tipos: (1) controladores de volumen y presión (GDS) y, (2) controladores de presión de aceite y agua. La máxima presión aplicada con este último tipo es de 3,5 MPa \pm 0,5 %. Al tratarse de un controlador de aceite y agua, va conectado a un **separador** que, mediante una membrana elástica, transmite la presión del controlador, separando el agua en el controlador del agua desionizada utilizada para saturar las muestras (Figura 2).

Las señales eléctricas producidas por los cambios de volumen se transmiten a un **módulo de adquisición** de datos de la casa Mecatest S.A. encargado de traducir esa lectura y enviarla al ordenador. El control de la toma de datos se realiza mediante *softwares* específicos (Figura 2).

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

La saturación de las muestras se comprueba bien por medida en continuo mediante el controlador de presión y volumen, o por pesada periódica del cilindro.

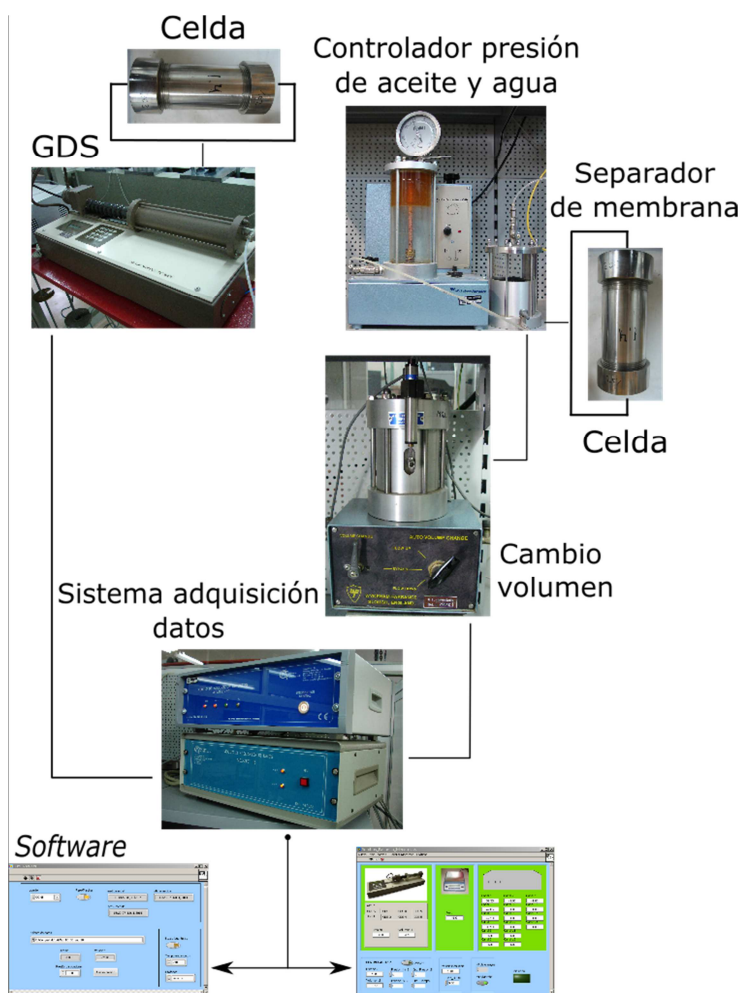


Figura 2. Instrumentación utilizada en la saturación de las muestras.


5.1.4 Material para la puesta en marcha del ensayo

- Impreso

Se disponen de dos impresos, en el primero de ellos se apuntan los datos correspondientes a la fabricación de la probeta, saturaciones y desmontaje (FICHA nº1, Anexo). El segundo es específico del ensayo de *breakthrough* y se anotan los escalones realizados durante el ensayo (fecha, presiones de inyección y salida, FICHA nº2, Anexo).

- Gas nitrógeno

La fase gaseosa utilizada en los ensayos es nitrógeno seco (de categoría comercial). El nitrógeno es un gas seguro, sencillo de usar e inerte, que asegura la ausencia de reacciones químicas cuando se transporta a través de los materiales de estudio. Al usar nitrógeno gas con un alto grado de pureza, la densidad del gas dependerá únicamente de la presión de gas aplicada.

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>


- Equipo experimental

La celda de acero con la muestra de bentonita en el interior previamente saturada se conecta a un dispositivo especialmente diseñado para medir las presiones de paso de gas o *breakthrough*. Hay cuatro dispositivos independientes conectados en línea (Figura 3) y cada uno de ellos (Figura 4) consta de:

- Dos **depósitos** de acero inoxidable en cada uno de los extremos de la celda que alberga la muestra. Los cilindros de acero inoxidable de la casa SWAGELOK® tienen conexión en ambos extremos. Una de las líneas tiene dos depósitos de 50 cm³ de volumen y el resto son de 75 cm³ (Figura 3). Todos ellos aseguran un correcto funcionamiento hasta presiones de 34,4 MPa.
- Cada uno de los depósitos va equipado con un **sensor de presión** de la marca DRUCK, modelo PMP 4070. Los sensores situados a la entrada y salida tienen un valor de presión máxima de 13,5 y 7 MPa, respectivamente, y un error combinado de $\pm 0,04$ % BSL. En una de las líneas los sensores instalados son de la serie UNIK 5000 (DRUCK), con un rango de presión entre 0-35 MPa, y un error combinado de $\pm 0,04$ % FS BSL. Para tener un registro continuo de la temperatura, en la superficie de cada uno de los depósitos se instala un sensor de temperatura (termopar).
- Cada uno de los dispositivos experimentales (Figura 4) se encuentra conectado al resto de elementos a través de tubos y válvulas herméticas al gas de la marca SWAGELOK®. Las válvulas utilizadas son de dos y tres vías y tienen una presión de servicio de 17,2 MPa.
- La presión de gas de la línea se regula mediante dos **controladores de presión** puestos en paralelo de la marca Bronkhorst® modelo EL-PRESS, HIGH-TECH que soportan presiones de 19 a 34 MPa con un error combinado de $\pm 0,04$ % BSL. Estos han sido calibrados de fábrica con gas nitrógeno (gas usado en este tipo de ensayos) y a temperatura ambiente. Los controladores van conectados a su interfase de control la cual, a su vez, va unida a un ordenador central. Para evitar fluctuaciones en el flujo de gas, cada uno de ellos se alimenta con un **depósito** de 150 o 300 cm³ que soporta presiones de hasta 34,4 MPa. A su vez, estos se presurizan mediante un **multiplicador de presión** de la casa Sprague®, modelo doble efecto Powerstar™ 4, con sensor que soporta presiones de hasta 34,5 MPa y al que va conectado un compresor (Kaeser classic) y una línea de gas nitrógeno a 7 bar. Los tubos y válvulas que hacen de unión son más resistentes que los citados en el apartado anterior. En este caso, las válvulas soportan presiones de hasta 41,4 MPa.

Los sensores de presión y temperatura van conectados a una **fuentes de alimentación** y a un **sistema de adquisición de datos** (Hewlett Packard®, HP34970A) donde se digitalizan las señales y se envían a un ordenador central en el que se registran y monitorizan los datos de los ensayos en funcionamiento. El programa usado ha sido diseñado bajo "LabView™ 2011".

El dispositivo experimental es capaz de aplicar presiones de hasta 13,5 MPa y de 35 MPa en la línea en la que se instalaron sensores de mayor rango. Se monitorizan las presiones y temperaturas en el depósito de entrada y salida de la muestra mediante los sensores conectados a estos.

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

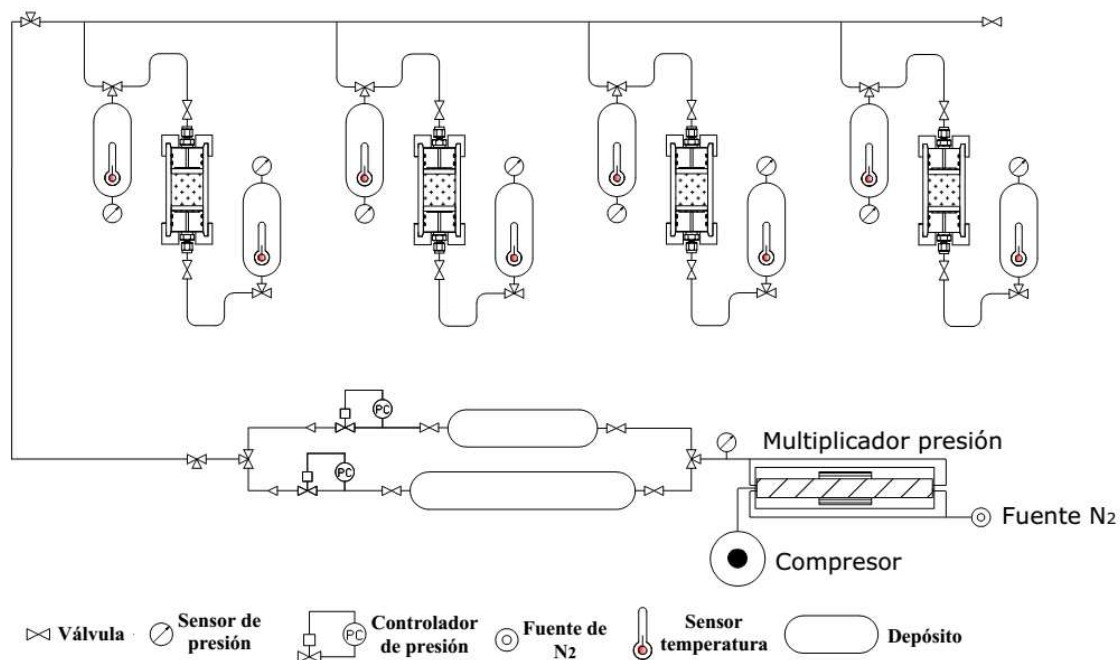
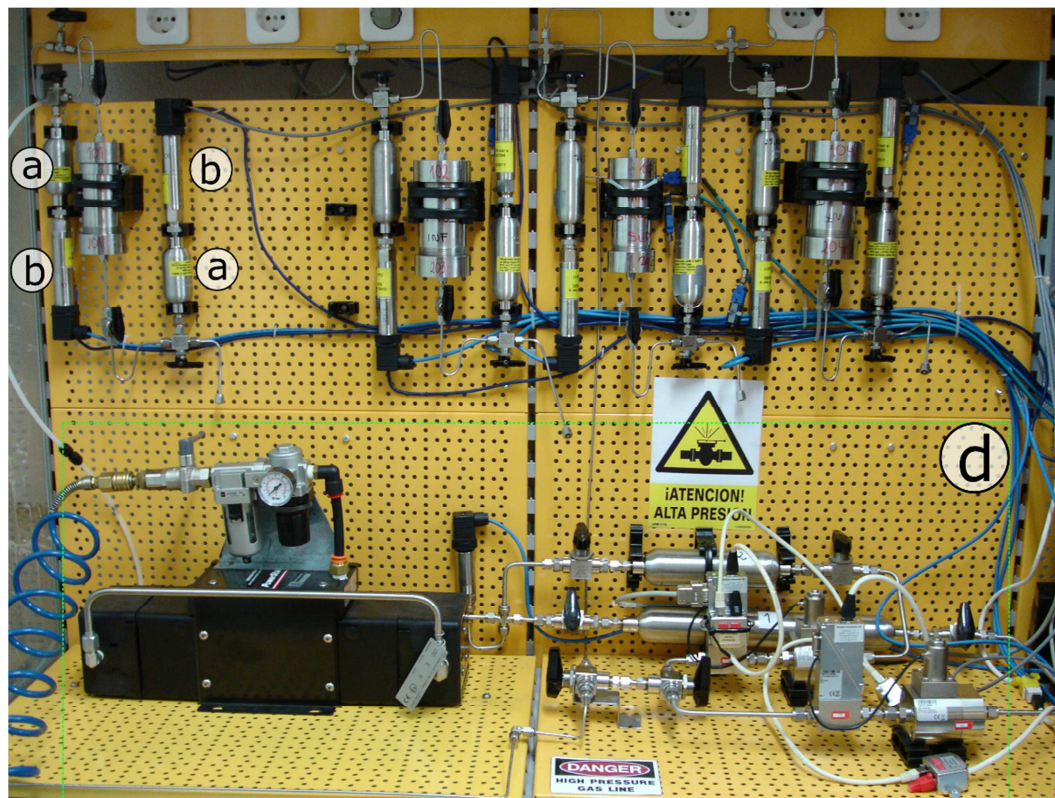



Figura 3. Equipo y representación esquemática del ensayo breakthrough.

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

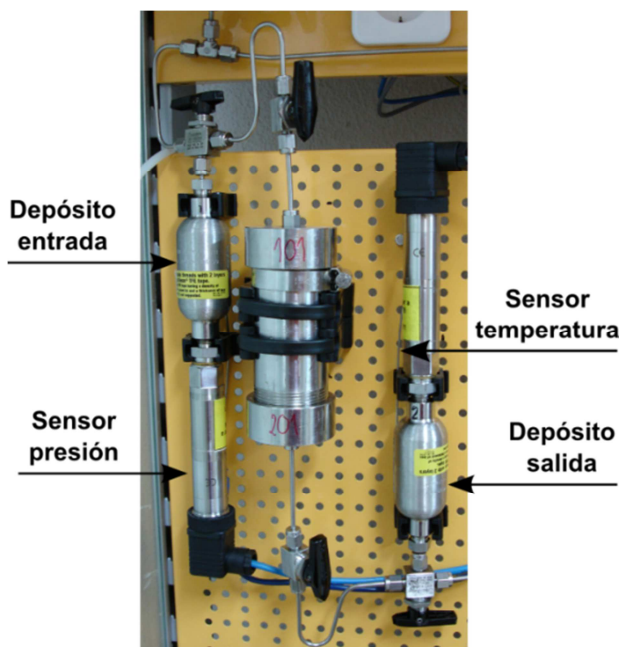


Figura 4. Dispositivo experimental para realizar las medidas de presión de breakthrough.

5.2 Condiciones de operación, mantenimiento y calibrado

5.2.1 Condiciones de operación

La sala en la que tienen lugar estos ensayos se mantiene a temperatura constante, en torno a unos 21 °C y debe procurarse que no varíe durante el transcurso de este. Sobre todo, los cambios de temperatura afectan considerablemente a la presión del gas nitrógeno contenido en los depósitos.

5.2.2 Condiciones de mantenimiento


Periódicamente debe comprobarse que no hay fugas en los circuitos de aire y agua, además de que los sensores funcionen correctamente, sustituyendo las piezas averiadas en caso de ser necesario.

5.2.3 Calibración de los sensores

Se aplican unos escalones de presión conocidos en sentido creciente y decreciente al sensor, y se anota el voltaje en cada uno de ellos. Se representan gráficamente los valores de presión y voltaje obtenidos extrayendo el corte con el eje y la pendiente.

Una vez determinados los parámetros se introducen en el software de la manera que se explica a continuación.

En el programa "Ensayo BT" (ensayo de *breakthrough*), se abre la pestaña de "Configuración" y, como se va a crear por primera vez, se selecciona "Nueva". En la siguiente pestaña, aparecen los módulos y los canales de los que dispone el sistema de adquisición de datos. Cada canal corresponde a un sensor en los que hay que introducir los valores obtenidos en la calibración (Figura 5). Antes de salir hay que dar a "Aceptar" y, para que se guarde correctamente, hay que volver a la pestaña "Configuración" y seleccionar "Guardar" (añadir nombre y ruta). Se puede consultar la configuración con la opción "Ver".

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

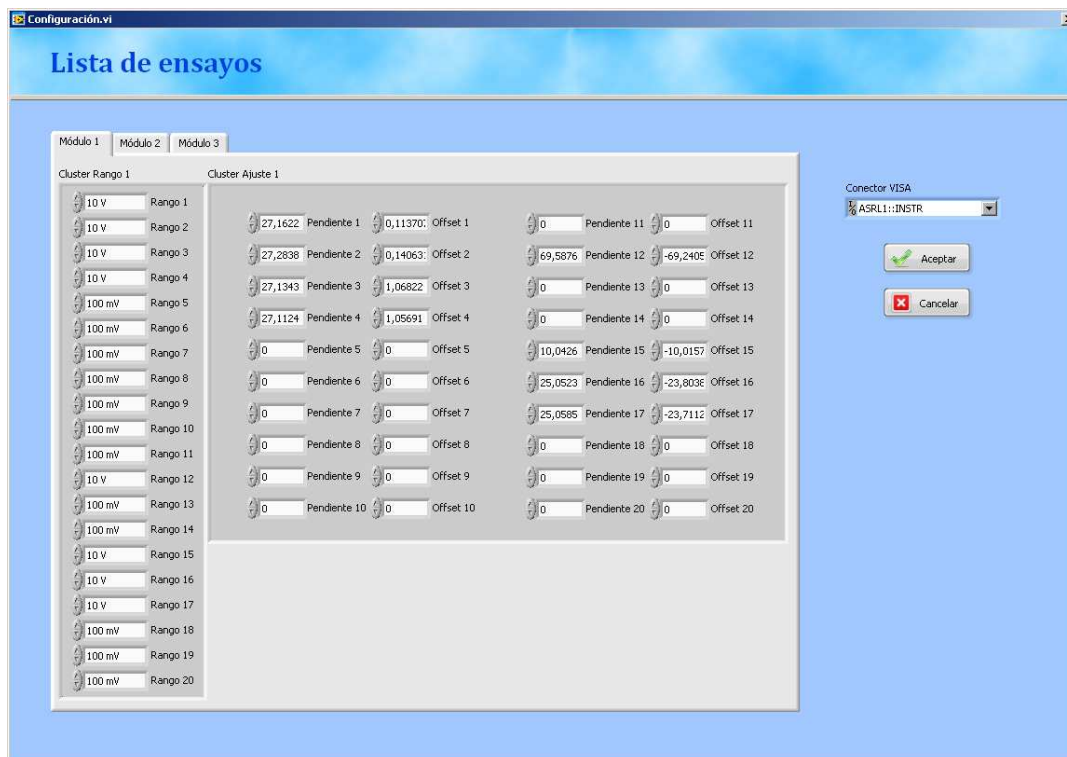


Figura 5. Aspecto de la pantalla de configuración del software utilizado en el ensayo de breakthrough.

Si se cierra el programa, al abrir es necesario volver a cargar la configuración y, para ello, en la pestaña "Configuración" se selecciona "Abrir" y se carga el archivo previamente guardado.


5.3 Metodología

5.3.1 Pasos previos al montaje

- Se comprueba el buen estado de la celda donde se va montar la muestra y los pistones para asegurar el perfecto sellado una vez colocados. Eso supone que las juntas tóricas estén en buenas condiciones, sustituyéndose en el caso de que se encuentren desgastadas.
- Hay que asegurarse de que las piedras porosas y filtros metálicos sinterizados estén limpios y secos mediante su lavado con jabón, aclarado en el equipo de ultrasonidos y secado en la estufa.
- Se determina con la suficiente antelación la humedad del material a utilizar.
- Antes de preparar la cantidad de muestra necesaria, se enciende la balanza y se comprueba que esté equilibrada antes de comenzar con las pesadas.
- Se tiene preparado el impreso donde irán anotados todos los datos (FICHA nº1, Anexo).

5.3.2 Preparación de las muestras

El primer paso consiste en compactar la muestra granular uniaxialmente en el interior de la celda de acero. Para ello se prepara la cantidad de muestra necesaria, calculada para obtener la densidad

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

deseada, teniendo en cuenta la humedad y el volumen de la probeta. La compactación se hace con una de las prensas descritas previamente dependiendo de densidad y carga a aplicar (apartado 5.1.2.). Las muestras se preparan con unas dimensiones máximas de 20 o 50 mm de altura y de 38 o 50 mm de diámetro, dependiendo de la celda a utilizar (apartado 5.1.1.).

Sin extraer la muestra de la celda para evitar cualquier tipo de perturbación, se comprueba de manera indirecta la masa y la altura de la muestra (Figura 6) que se anotan en la FICHA nº1 (Anexo).

A continuación se añaden, en cada uno de los extremos, un filtro de papel y cinco geotextiles. Estos filtros proporcionan contacto entre la arcilla y el agua desionizada, permitiendo el paso de agua a través de ellos y ayudando a su reparto por toda la superficie. Sobre estos filtros se introduce el pistón y la tapa con rosca que ayuda a sellar y aislar la muestra durante el ensayo de saturación.



Figura 6. Medida de la altura de la muestra de manera indirecta mediante un calibre.


5.3.3 Saturación de las muestras

Se procede a saturar la bentonita con agua desionizada aplicando una presión de agua entre 200 y 1000 kPa dependiendo de la densidad seca de la muestra. La inyección de agua desionizada se realiza por ambos extremos para acelerar el proceso de saturación.

5.3.4 Ensayo *breakthrough*

Una vez que las muestras están completamente saturadas, se desconectan del equipo de saturación y se comprueba la masa y dimensiones de la muestra para obtener de esa manera la cantidad de agua tomada y si se ha producido algún cambio en la longitud de la muestra y, por tanto, en la densidad seca. Se reemplazan los filtros de papel por unos nuevos secos, y los geotextiles se cambian por piedras porosas o filtros metálicos sinterizados.

Tras el cambio de filtros, las celdas se cierran y conectan al equipo experimental previamente explicado. Tras comprobar que no hay fugas, se procede a iniciar el ensayo a una presión de inyección

<div><p>Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas</p></div>	<div>ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</div>	<div>Código: PT-MA-04-07</div>
<div>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</div>		<div>Edición:</div>
		<div>Fecha:</div>

de 400 kPa en el depósito de entrada, que se encuentra conectado a la parte superior de la muestra mientras que en el depósito de salida (ubicado en la parte inferior de la muestra) se hace el vacío. El sistema se deja estabilizar durante unas horas y, a continuación, se abren las llaves y da comienzo el ensayo. Si durante las siguientes 24 h no se registra ningún cambio en ninguno de los dos depósitos, la presión de inyección se aumenta en 200 kPa en el depósito de entrada y se mantiene durante 24 h, y así sucesivamente. Este proceso se repite hasta que el gas comienza a fluir a través de la muestra produciendo un descenso en el valor de presión en el depósito de entrada y un aumento en el valor de presión del depósito de salida. El paso de flujo se mantiene hasta que los valores de presión en ambos depósitos se estabilizan.

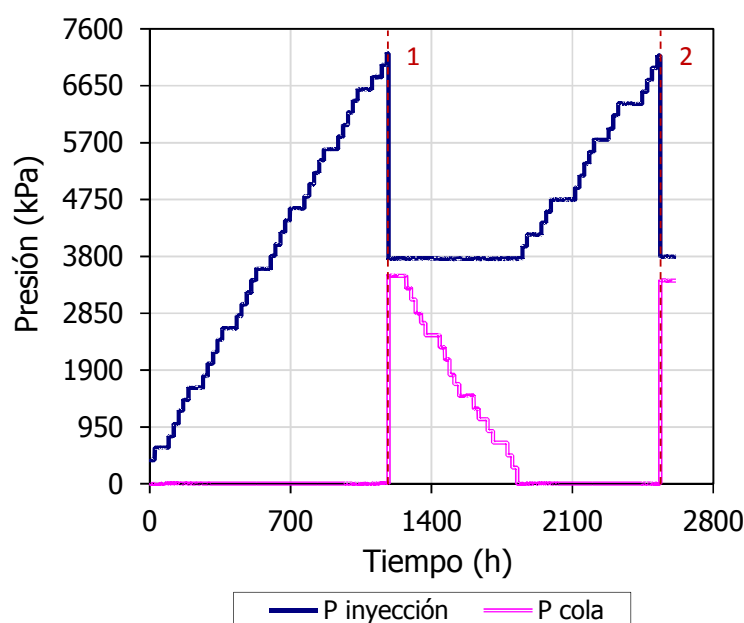



Figura 7. Ejemplo de la evolución de la presión en los depósitos de entrada (inyección) y salida (cola) de un ensayo de breakthrough. Las líneas de puntos verticales marcan el momento en el que se producen los episodios de breakthrough.

Alcanzado este punto, si se desea comprobar el estado de la muestra y si ha habido diferencias en su resistencia al paso de gas, se desciende la presión en el depósito de salida con la misma pauta inicial, 200 kPa cada 24 h hasta que se vuelve a detectar flujo. Hay que recordar que en este tipo de ensayos tras producirse el *breakthrough*, no hay más aporte de gas ni agua al sistema. Si tras descender la presión del depósito de salida a 1 kPa no se ha producido flujo se procede a aumentar la presión en el depósito de entrada. Tras producirse el nuevo episodio de *breakthrough*, se puede dejar estabilizar la presión en ambos depósitos (Figura 7).

El tiempo requerido para completar el “ensayo de *breakthrough*”, depende de las características de la muestra a estudio.

Así mismo, la estabilización de presión tras producirse el *breakthrough* puede ser inmediato (Figura 7) o muy lento (Figura 8). En este último caso es posible calcular la permeabilidad de la muestra que se explica más adelante en el apartado 5.4.

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

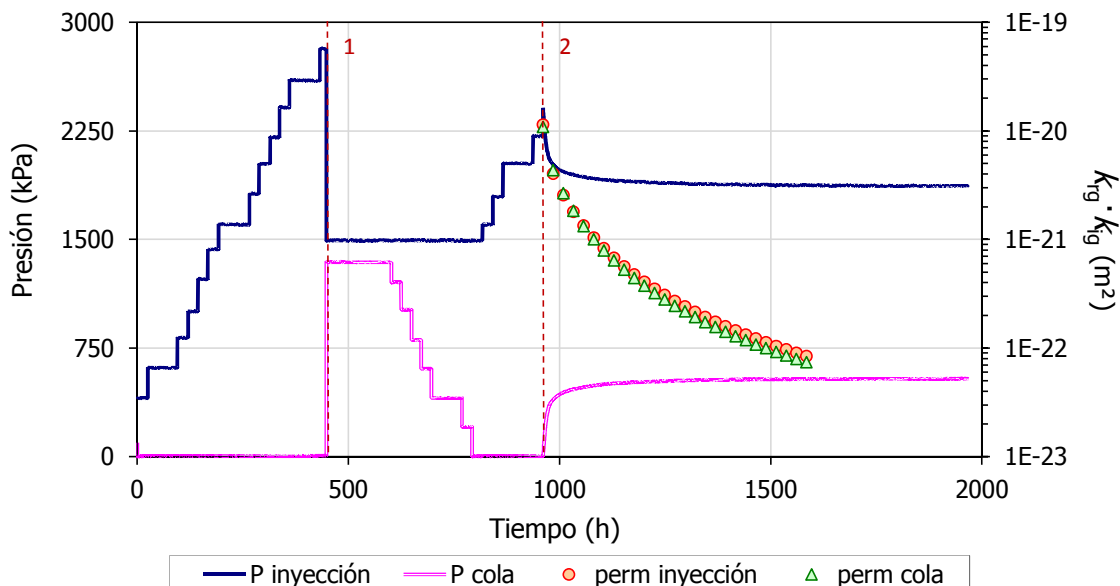


Figura 8. Evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida y las permeabilidades calculadas en dichos depósitos durante la estabilización del segundo episodio de breakthrough.


Tras el cese de flujo a través de la muestra (segundo episodio de *breakthrough*, Figura 8), se procede a desconectar la celda del sistema de medida. Antes de su retirada, se comprueban las tuberías en busca de agua a través de un matraz aforado de 25 mL que es pesado antes y después de vaciar los conductos de gas (Figura 9).



Figura 9. Matraz aforado colocado en la tubería de salida de la muestra tras finalizar el ensayo de breakthrough para comprobar si hay agua en el conducto.

5.3.5 Configuración del sistema de adquisición de datos

Antes de comenzar el ensayo de *breakthrough* hay que asegurarse de que el sistema tiene la suficiente presión para realizar los escalones necesarios. Para ello, se enciende la fuente de alimentación, para

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

iniciar el multiplicador de presión y presurizar los depósitos que alimentarán posteriormente al resto de sistema.

A continuación, se configura el ensayo que se quiere poner en marcha en la pestaña "Ensayos" del programa "Ensayos BT" (Figura 10). Hay que seleccionar "Introducir canal", el nombre del fichero y la ruta donde se quiere guardar. Para finalizar hay que dar a "Aceptar".

Para activar el ensayo, hay que desplazarse a la pantalla principal del programa y, visualizando el ensayo en pantalla, se selecciona "Vista ensayo" dándole al botón derecho sobre el nombre del ensayo, se selecciona el rango de tiempo deseado entre medida y medida y, por último, "Guardar datos".

Cuando se quiere sustituir un ensayo en marcha por otro, se selecciona "Modificar", aceptando los cambios introducidos en "Ok" y "Aceptar".

Para guardar todos los ensayos introducidos, se selecciona el botón "Save" que aparece en la pantalla principal del programa.

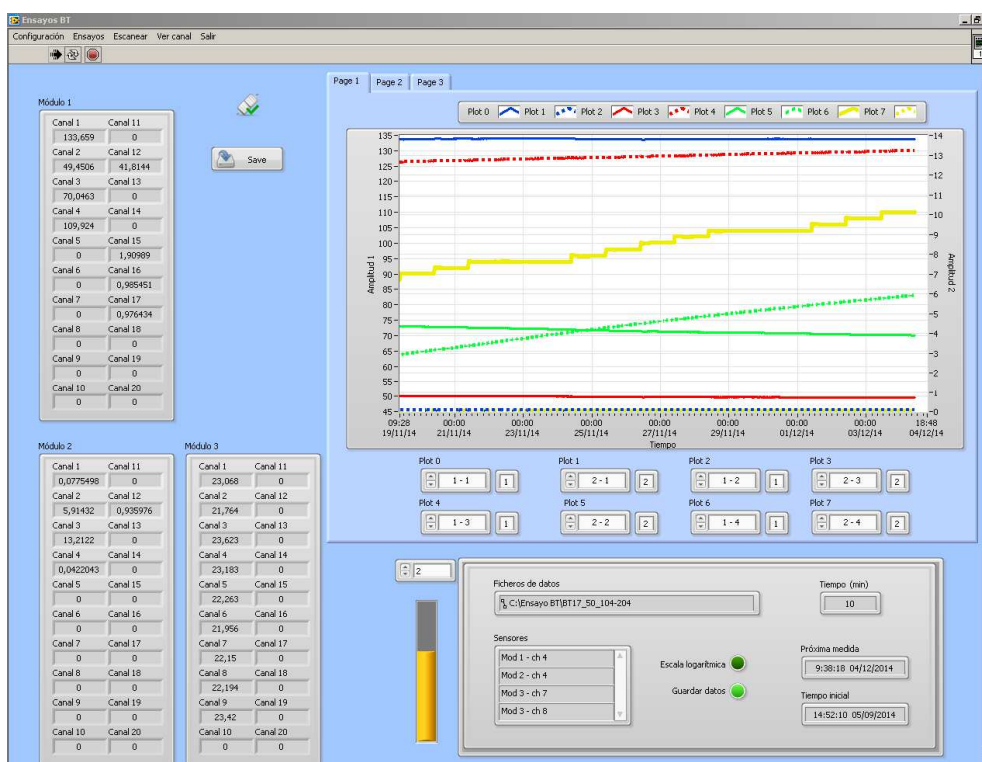



Figura 10. Aspecto de la pantalla de control del software utilizado en el ensayo de breakthrough.

5.3.6 Comprobación de la estanqueidad del sistema

Antes de comenzar el ensayo de *breakthrough* se comprueba la estanqueidad del sistema durante un mínimo de 24 h aplicando presiones entre 900 y 1 kPa.

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

5.4 Cálculo de resultados

El resultado principal de este ensayo es la obtención del valor de presión de *breakthrough* que corresponde con la diferencia entre la presión de inyección (depósito aguas arriba) y la presión cola (depósito aguas abajo) en el momento en el que se produce el paso de gas.

En los ensayos de *breakthrough* las muestras están en condiciones de saturación total, por lo que los poros se encuentran completamente obturados por la fase líquida. A bajas presiones, el mecanismo más aceptable para la migración del gas sería la difusión del gas disuelto en la fase acuosa. A presiones mayores, el gas puede expulsar una proporción de agua intersticial en algunos poros (los de mayor tamaño), abriendo una trayectoria que permite su transporte a través de una pequeña fracción de porosidad abierta. Una vez establecido el flujo de gas, sería posible calcular una permeabilidad "aparente" de la fase gaseosa a partir de las ecuaciones que describen el transporte en fase gas en el modelo de flujo bifásico.

Aunque el objetivo de estos ensayos no es medir permeabilidades, es posible estimar el flujo de gas impuesto por el gradiente de presión existente entre ambos depósitos tras producirse un episodio de *breakthrough*. El flujo de gas se puede calcular a partir de la diferencia de presión que existe entre ambos extremos de la muestra en función del tiempo, como si de un permeámetro de carga variable se tratara.


En el transporte de gas nitrógeno a través de un medio saturado de agua se asume que: (1) ambas fases son inmiscibles, (2) la fase gaseosa es inerte y se comporta como un gas ideal y, (3) el resto de fases (acuosa y sólida) son incompresibles.

Para el cálculo de permeabilidad en estos ensayos se aplica la ecuación de Scheidegger (1974) [1]:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = \frac{Q \cdot \mu_g \cdot L \cdot 2 \cdot P_m}{A \cdot (P_{up}^2 - P_{dw}^2)} \quad [1]$$

donde $k_{ig} \cdot k_{rg}$ es la permeabilidad efectiva en m^2 , Q es el caudal, A es la superficie de la muestra, μ_g es la viscosidad dinámica del fluido utilizado, en nuestro caso, nitrógeno (Pa·s), L es la longitud de la muestra, P_{up} y P_{dw} son las presiones de inyección y cola aplicadas en la parte superior e inferior de la muestra respectivamente y P_m es igual a la presión media para un intervalo de tiempo determinado.

En los ensayos de *breakthrough* no se dispone de valores de flujo medidos directamente con caudalímetros, por lo que es necesario calcular el caudal (Q). Para ello, se determina el caudal (Q), de entrada y de salida, en la muestra (Loosveldt, 2002) de manera indirecta a través de la siguiente ecuación [2]:

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

$$Q = V_v \cdot \left(\frac{\Delta \rho}{\rho} \right) \cdot \frac{1}{\Delta t} \quad [2]$$

donde V_v es el volumen del depósito de entrada o salida (los volúmenes nominales de los depósitos empleados son de 50 y 75 cm³), $\frac{\Delta \rho}{\rho}$ es la variación relativa en la densidad del gas, y Δt es el intervalo de tiempo en el cual tiene lugar dicha variación. Esta última se ha calculado en condiciones estacionarias, teniendo en cuenta que el flujo másico, en condiciones cuasi estacionarias, se mantiene constante sobre el rango de temperatura y presión en todo el sistema.

A partir de la ecuación de estado de los gases reales se obtiene la siguiente igualdad:

$$\left(\frac{PV}{ZT} \right)_{MEDIDA} = \left(\frac{PV}{ZT} \right)_{STP} \quad [3]$$

donde P , T y V son las actuales condiciones de presión, temperatura y volumen, respectivamente. $Z(T, P)$ es el factor de compresibilidad que expresa la relación entre la densidad del gas ideal y la del gas real en idénticas condiciones de temperatura y presión. Los subíndices indican las condiciones de medida y condiciones estándar que son igual a $T=273,15$ K y $P=101,325$ kPa.

Al sustituir las densidades obtenidas en la ecuación de los gases reales, el factor de compresibilidad Z (en cualquier caso próximo a 1), se cancela en la ecuación. Como el ensayo se considera isoterma, entonces [4]:


$$Q = V_v \cdot \left(\frac{\Delta P}{P_{av}} \right) \cdot \frac{1}{\Delta t} \quad [4]$$

donde ΔP es la variación en la presión y P_{av} es el valor medio de presión para el intervalo de tiempo considerado (Δt), tanto en el depósito de entrada (extremo superior de la muestra) como en el de salida (extremo inferior de la muestra). De esta manera es posible calcular el caudal a partir de la curva de presión medida en cada depósito.

Sustituyendo la ecuación [4] en la ecuación [1] se llega a la ecuación [5] que permite obtener los valores de permeabilidad en los ensayos de *breakthrough*:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = [V_v]_{up,dw} \cdot \left(\frac{\Delta P}{P_{av}} \right)_{up,dw} \cdot \frac{1}{\Delta t} \cdot \frac{\mu_g \cdot L \cdot 2 \cdot P_m}{A \cdot (P_{av_{up}}^2 - P_{av_{dw}}^2)} \quad [5]$$

donde $k_{ig} \cdot k_{rg}$ es la permeabilidad efectiva en m², A es el área superficial de la muestra, μ_g es la viscosidad dinámica del fluido, L es la longitud de la muestra y, $P_{av_{up}}$ y $P_{av_{dw}}$ son las presiones medias

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

entre dos valores de presión consecutivos (tomados cada 10 min) en los depósitos de entrada y salida (aplicados a los extremos superior e inferior de la muestra, respectivamente) y P_m corresponde a la presión del caudal medido.

En los ensayos de *breakthrough*, P_m es igual a la presión media para el intervalo de tiempo determinado, P_{av} , quedando así la ecuación [5]:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = [V_v]_{up,dw} \cdot \left(\frac{\Delta P}{\Delta t} \right)_{up,dw} \cdot \frac{\mu_g \cdot L \cdot 2}{A \cdot (P_{av_{up}}^2 - P_{av_{dw}}^2)} \quad [6]$$

También es posible calcular la permeabilidad al gas mediante la ecuación [7], k_g , teniendo en cuenta los cambios de: (1) densidad ($\rho_{g(up,dw)}$) con respecto a la presión aplicada ($P_{av(up,dw)}$) y (2) viscosidad (μ_g) del gas nitrógeno utilizado en los ensayos con las presiones de inyección y cola establecidas en ese momento.

$$k_g = \frac{\rho_{g(up,dw)} \cdot g}{\mu_g} \cdot k_{ig} \cdot k_{rg} \quad [7]$$


En estos análisis se supone que el gas se comporta como un gas ideal y que el flujo es estacionario suponiendo que la caída de presión en uno de los depósitos es igual al aumento de la misma en el otro depósito.

El valor de permeabilidad medido en los ensayos de *breakthrough* representa la suma del valor de permeabilidad del material y de las contribuciones adicionales tales como, fracturas, sellados ineficientes entre la muestra y la pared de la celda, etc. Por lo tanto, el valor de permeabilidad medido podría ser mayor que el valor de permeabilidad real del material y, por ello, el dato más fiable de permeabilidad del material sería el valor menor de los obtenidos para un ensayo dado.

Tratamiento de datos

En los ensayos de *breakthrough* se recogen oscilaciones en los valores de presión registrados debido a: (1) los cambios en las condiciones del laboratorio y, (2) las incertidumbres inherentes a los sensores y al sistema de adquisición de datos (incluso si el aumento y descenso de la presión es constante). Esto último, da lugar a una dispersión en los valores de permeabilidad calculados, especialmente cuando los cambios de presión en los depósitos son muy lentos.

Para evitar este tipo de artefactos es aconsejable ajustar los datos de presión a una ecuación, a partir de la cual, se calcularán los valores de permeabilidad. Para ello, con el conjunto de valores de presión de inyección y cola en función del tiempo, obtenidos tras cada episodio de *breakthrough*, se busca el ajuste a una ecuación derivable, creciente o decreciente, utilizando por ejemplo el programa informático TableCurve 2D v5.01. Este tipo de funciones son también la manera más apropiada de suavizar los datos en el tiempo. A su vez, pueden ser tratadas numérica o analíticamente, generando

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

resultados más precisos (SYSTAT, 2002). Introduciendo la derivada de la ecuación obtenida en el ajuste se calculan, a través de la ecuación [5], los valores de permeabilidad para los momentos de tiempo más representativos.

Por ejemplo, se han usado satisfactoriamente las siguientes ecuaciones para el ajuste de la evolución de presión de inyección y cola ($P_{(up,dw)}$, kPa) frente al tiempo (t , horas) son: (1) una ecuación monótona decreciente para la disminución de presión (depósito de entrada) [8] y su respectiva derivada [9], y (2) una ecuación monótona creciente para el aumento de presión (depósito de salida) [10] y su respectiva derivada [11].

$$P_{up}(t) = a + b \cdot \exp(-c \cdot t) + \frac{d}{1 + (d \cdot e) \cdot t} \quad [8]$$

$$P'_{up}(t) = -b \cdot c \cdot \exp(-c \cdot t) - \frac{e \cdot d^2}{(1 + d \cdot e \cdot t)^2} \quad [9]$$

$$P_{dw}(t) = a + b(1 - \exp(-c \cdot t)) + d \left(1 - \frac{1}{1 + (d \cdot e) \cdot t} \right) \quad [10]$$


$$P'_{dw}(t) = b \cdot c \cdot \exp(-c \cdot t) + \frac{e \cdot d^2}{(1 + d \cdot e \cdot t)^2} \quad [11]$$

donde a , b , c , d y e son parámetros de ajuste.

Sustituyendo el promedio $\left[\left(\frac{\Delta P}{\Delta T} \right)_{up,dw} \right]$ de la ecuación [6] por las derivadas de la presión respecto al tiempo obtenidas anteriormente se llega a la siguiente expresión:

$$k_{ig} \cdot k_{rg} = [V_v]_{up,dw} \cdot P'(t)_{up,dw} \cdot \frac{\mu_g \cdot L \cdot 2}{A \cdot (P(t)_{av_{up}}^2 - P(t)_{av_{dw}}^2)} \quad [12]$$

En la Figura 11 se muestra un ejemplo de los datos recogidos tras un episodio de *breakthrough*. Se observa que las permeabilidades calculadas a partir de los datos de presión de inyección experimentales muestran una gran dispersión, mientras que aquellas calculadas a partir de la derivada de la ecuación [8] y [10] son más estables.

	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS (“BREAKTHROUGH”) EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

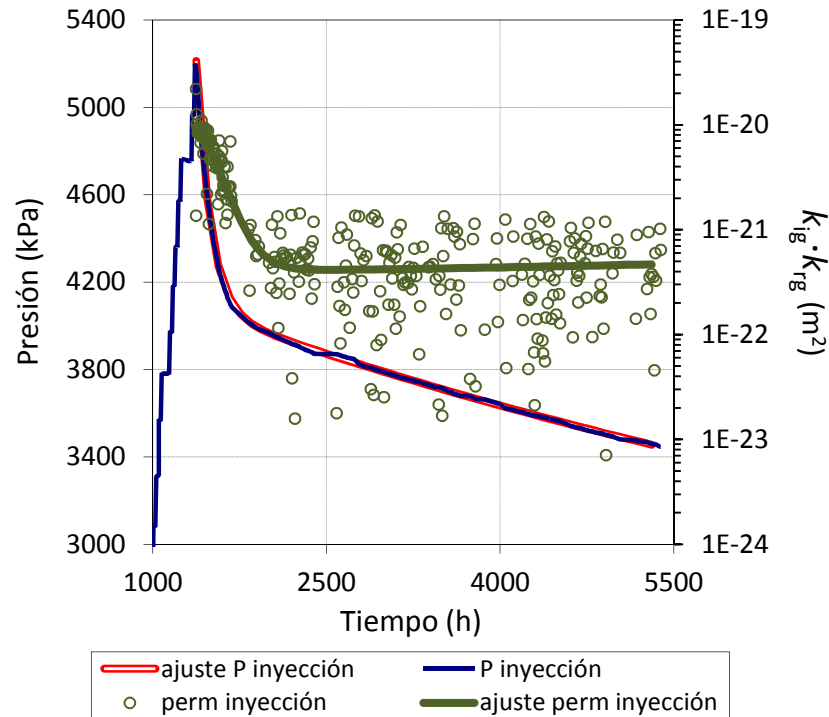


Figura 11. Representación de la disminución en los valores de presión de inyección (P_{up}) tras producirse un episodio de breakthrough y sus respectivos valores de presión de inyección (ajuste P_{up}) calculados a partir de la derivada de la ecuación [9]. A su vez, quedan representados los valores de permeabilidad ($perm_{up}$) calculados a partir de los valores de presión obtenidos experimentalmente y aquellos calculados a partir del ajuste (ajuste $perm_{up}$).


5.5 Desmontaje de las muestras

Al finalizar los ensayos se procede a extraer las muestras de las celdas, utilizando la prensa manual, para (Figura 12):



Figura 12. Extracción de la muestra de la celda mediante la prensa manual.

- Determinar las dimensiones y masa de la muestra para detectar cualquier cambio en el tamaño y la masa y, por tanto, en la humedad y densidad seca. Las dimensiones se miden con un calibre cuya precisión es de 0,01 mm.

 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS</p>	<p align="center">ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS ("BREAKTHROUGH") EN MATERIALES EXPANSIVOS</p>	<p>Código: PT-MA-04-07</p>
		<p>Edición:</p>
		<p>Fecha:</p>

- b) Determinación del contenido en agua (humedad) mediante UNE Standard 103-300-93. Esta norma consiste en calcular la humedad por diferencia de pesadas de la muestra antes y después de secada. Para el secado de la bentonita se introduce en una estufa durante 48 h a una temperatura de 110 °C. El valor de la humedad se define como la relación en porcentaje de la masa de agua frente a la masa de la muestra seca. Se considera que el error de esta determinación está alrededor de 0,1 %.
- c) Determinación de la densidad seca por inmersión en mercurio siguiendo la norma UNE 7045:1952. Esta norma consiste en determinar el volumen de la muestra por inmersión en mercurio. Por pesada se obtiene la masa del volumen desalojado por la muestra y conocido el peso específico del mercurio se calcula el volumen de la muestra. A continuación, la muestra se seca en estufa durante 48 h a 110 °C para obtener su masa seca y, de aquí, su densidad seca, que es el cociente entre la masa seca y el volumen obtenido antes del secado. Esas mismas muestras permiten valores de humedad por duplicado. Se considera que el error de esta determinación está alrededor de 0,01 y 0,02 g/cm³.

Estas determinaciones pueden realizarse en diferentes submuestras (Figura 13).

1. Marcaje muestra




2. Corte de la muestra en secciones



Figura 13. Marcaje y corte de la muestra en diferentes secciones para, a continuación, determinar la humedad y la densidad seca mediante inmersión en mercurio.

5.6 Almacenamiento de las muestras

Una vez finalizado el ensayo las muestras pueden desecharse.

 CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS	ENSAYO PARA DETERMINAR LA PRESIÓN DE PASO DE GAS (“<i>BREAKTHROUGH</i>”) EN MATERIALES EXPANSIVOS	Código: PT-MA-04-07
		Edición:
		Fecha:

6.- REGISTROS Y DATOS

Los resultados, así como cualquier otro tipo de anotación de interés, deben ser registrados en el impreso y volcados en las hojas de cálculo correspondientes. Así mismo, se conservarán los ficheros y las hojas de cálculo generadas a partir de ellos (.xls).

Registro / Dato	Responsable archivo	Soporte	Lugar de archivo	Tiempo Conservación
Impreso	M.V. Villar	Papel / Hoja cálculo	E20/p0/39	5 años

7.- ANEXOS

Formato PT-MA-04-07.1a,b y c (Fabricación probeta, saturaciones y desmontaje)

Formato PT-MA-04-07.2a y b (Ensayo de *breakthrough*)

PROYECTO: **FORGE****ENSAYO BT**

Referencia		Tipo celda	
------------	--	------------	--

FABRICACIÓN PROBETA

FECHA DE FABRICACIÓN: _____

Muestra		Balanza/calibre	
Volumen molde (cm ³)		Sección (cm ²)	
Densidad seca (g/cm ³)		Humedad (%)	
Peso seco teórico (g)		Muestra pesada (g)	
Dispositivo/P comp. (kg)		Altura muestra (mm)	
Peso camisa (g)		Altura camisa (mm)	
Peso camisa + muestra (g)		Comprobar altura muestra	
Muestra (g)		Parte superior (mm)	/ / /
Peso seco teórico (g)		Parte inferior (mm)	/ / /
Densidad seca (g/cm³)		Altura muestra (mm)	
Balanza		Calibre	

Diámetro:*Nº SATURACIÓN:**

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) ANTES de la saturación:

Fichero		Inicio		Final saturación	
Equipo P			Equipo cvol		
Presión saturación (bar)				w final (%)	
				Peso muestra + camisa + w (g)	

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) DESPUÉS de la saturación:

Comprobar altura muestra		
Parte superior (mm)	/	/ /
Parte inferior (mm)	/	/ /
Altura muestra (mm)		

NOTA: en **negrita** se indican los datos que deberán ser calculados posteriormente

Realizado.....

Revisado.....

Fecha.....

PROYECTO: **FORGE****ENSAYO BT****ANTES DEL MONTAJE PARA ENSAYO GAS**

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) ANTES del ensayo a gas:

Nº SATURACIÓN:

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) DESPUÉS del ensayo a gas:

Balanza		Calibre	
Peso camisa + muestra (g)			
Parte superior (mm)	/ / /	Parte inferior (mm)	/ / /
Altura muestra (mm)			

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) ANTES de la saturación:

Fichero		Inicio		Final saturación	
Equipo P			Equipo cvol		
Presión saturación (bar)			w final (%)		
			Peso muestra + camisa + w (g)		

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) DESPUÉS de la saturación:

Comprobar altura muestra

Parte superior (mm)	/ / /
Parte inferior (mm)	/ / /
Altura muestra (mm)	

Observaciones:

NOTA: en **negrita** se indican los datos que deberán ser calculados posteriormente

Realizado.....

Revisado.....

Fecha.....

PROYECTO: **FORGE**

ENSAYO BT

ANTES DEL MONTAJE PARA ENSAYO GAS
--

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) ANTES del ensayo a gas:
--

DESMONTAJE TRAS ENSAYO GAS*

Fecha	
-------	--

Tipo, número, peso de filtros (g) y espesor (mm) DESPUÉS del ensayo a gas:
--

Balanza		Calibre		Estufa	
---------	--	---------	--	--------	--

Peso camisa + muestra (g)	
---------------------------	--

Parte superior (mm)	/	/	/	Parte inferior (mm)	/	/	/
---------------------	---	---	---	---------------------	---	---	---

Altura muestra (mm)	
---------------------	--

Tras extraer la muestra de la camisa:

Peso muestra (g)		Diámetro (mm)	
------------------	--	---------------	--

Altura muestra (mm)		Peso seco teórico (g)	
---------------------	--	-----------------------	--

Observaciones:

*COMPROBAR SI HAY AGUA EN LAS TUBERÍAS!!!

HUMEDAD PARTE SUPERIOR / INFERIOR y PARTE INTERNA / EXTERNA
PORCIÓN MUESTRA PARA DRX y POROSIMETRÍA

NOTA: en **negrita** se indican los datos que deberán ser calculados posteriormente

Realizado.....

Revisado.....

Fecha.....



PROYECTO: **FORGE**

ENSAYO BT

Referencia		Tipo celda	
------------	--	------------	--

Muestra			
Altura probeta (m)		Diámetro celda (cm)	
Volumen entrada (m³)		Volumen salida (m³)	

Observaciones:

DATOS ENSAYO

Nombre fichero		Sensores (nº serie)	Entrada:	
			Salida:	

INICIO (fecha / hora)		FINAL (fecha / hora)	
-----------------------	--	----------------------	--

FECHA	HORA	CANAL ENTRADA (bar)	CANAL SALIDA (bar)	Observaciones/ Incidencias



PROYECTO: **FORGE**

ENSAYO BT

DATOS ENSAYO

FECHA	HORA	CANAL ENTRADA (bar)	CANAL SALIDA (bar)	Observaciones/ Incidencias

Anexo III. Parámetros de ajuste

En el siguiente anexo se recogen el conjunto de parámetros de ajuste obtenidos en el conjunto de muestras analizadas en los ensayos de *breakthrough*.

ENSAYO	Nº BT	PARÁMETROS DE AJUSTE									
		Presión inyección					Presión cola				
		a	b	c	d	e	a	b	c	d	e
BT1,3_38	1	17,1543	8,2309	0,0675	0,0241	0,0000	0,7466	8,4395	0,0654	0,0000	0,0000
	2	13,4575	2,2987	0,0039	1,4484	0,0003	3,1909	1,9541	0,0043	1,3061	0,0008
	3	12,2522	0,7236	0,0015	3,2351	0,0015	0,9354	1,0424	0,0020	2,8537	0,0019
BT1,3_50(2)	1	9,9685	3,0152	0,0211	1,0561	0,0024	0,1667	3,2454	0,0198	0,7523	0,0024
	2	7,7328	2,0860	0,0042	0,5821	0,0022	0,0659	2,4100	0,0041	0,0936	0,0025
BT1,3_50(2)_2	1	10,3448	2,6971	0,0805	2,6053	0,0280	0,5193	2,7847	0,0802	2,6444	0,0280
	2	7,7868	2,2417	0,0007	0,3696	0,0016	2,0874	1,6882	0,0008	0,9682	0,0005
BT1,3_50	1	4,7892	5,3003	0,3206	5,6849	0,0027					
	2	5,0429	0,4286	0,0032	0,1670	0,0876	0,1392	0,7708	0,0147	0,1103	0,3342
BT1,3_50_2	1	10,3083	4,4904	0,0766	1,4971	0,0014	-0,5125	4,7317	0,0790	1,3954	0,0021
	2	7,5838	2,8143	0,0010	0,2209	0,0000	0,0436	2,8546	0,0010	0,0000	0,0000
BT1,4_38	1	7,4897	11,3515	0,0082	33,2872	0,0000	0,1696	11,8659	0,0077	26,7113	0,0000
BT1,4_38_2	2	43,8146	2,1149	0,0066	3,1035	0,0010	7,0062	3,7213	0,0049	0,7116	0,0179
BT1,4_38_h2	2	18,5913	3,1803	0,1394	2,1663	0,0095	-0,2627	3,2841	0,1724	2,4686	0,0112
BT1,4_50	1	4,5747	3,3395	0,0019	1,1193	0,0106	0,3769	3,2798	0,0019	1,1898	0,0082
BT1,4_50_2	1	19,2532	1,3794	0,0142	9,4797	0,0046	-0,4506	2,6387	0,0195	8,4764	0,0053
	2	16,9256	1,6316	0,0015	0,5564	0,0029	4,4555	1,5513	0,0010	1,0767	0,0018
	3	11,7010	4,5777	0,0004	1,1999	0,0028	1,3009	2,5357	0,0008	1,3552	0,0016
BT1,5_38	1	68,4455	7,3576	3,0080	2,6851	134,9368	12,8416	7,1261	3,0134	3,3273	12,0625
	2	83,9792	6,2187	3,7063	4,1313	0,0063	0,9447	6,3110	3,6785	4,1281	0,0068
	3	78,5170	6,9192	0,0151	0,0510	0,0000	0,3899	6,2732	0,0156	0,0000	0,0000
BT1,5_38_2	3	56,9475	4,3450	0,3207	2,8436	0,0028	3,0159	4,6478	0,4862	3,0390	0,0039
BT1,5_50	1	36,9471	19,0907	0,5829	15,1855	0,0611	0,1729	20,5499	0,5864	16,4774	0,0615
BT1,5_50_2	1	51,4319	-13,4552	89,5436	59,9136	3,3905	27,7049	15,0185	89,2656	58,6608	3,7718
	2	38,3686	1,8156	0,0311	0,2336	0,0932	38,0794	0,8282	0,0837	0,4878	0,1552
BT1,6_38	1	17,2480	7,4125	0,0005	0,3876	0,0008	6,6739	3,8654	0,0014	0,3204	0,0005
	2	18,7347	5,5192	0,0029	0,1445	0,0000	1,1708	4,9300	0,0031	1,2134	0,0009
	3	16,3821	2,1085	0,0018	0,5728	0,0008	0,7873	2,4794	0,0019	0,0000	0,0000
BT1,6_50	1	24,7696	19,0200	0,1120	37,1146	0,0000	1,0922	19,2497	0,1127	25,7159	0,0000
BT1,6_50_2	1	42,9827	12,1943	0,0002	0,5368	0,0002	23,5053	11,9526	0,0001	3,6076	0,0001
	2	42,9588	7,7846	0,0003	0,0886	0,0002	12,0789	24,8036	0,0001	11,7842	0,0000
BT1,7_38	2	44,4781	4,0624	0,0083	6,6228	0,0005	0,0013	5,0001	0,0074	5,6294	0,0005
BT1,7_38_2	2	44,3215	15,0106	0,0031	2,8943	0,0000	0,0208	15,5813	0,0030	0,0000	0,0010
BT1,8_38	2	64,8749	9,4615	0,2625	4,9093	0,0010	1,1034	9,5925	0,2682	4,3865	0,0013
JB1,6_38	1	10,3945	2,8129	0,0033	3,1480	0,0015	-0,1095	2,8773	0,0058	4,2721	0,0003
	2	8,1524	3,1806	0,0014	0,8431	0,0003	0,0525	3,1543	0,0013	0,7239	0,0006
JB1,6_38_2	2	8,1477	7,4939	4,0763	0,4388	0,0202	-0,0509	7,5501	4,1087	0,4155	0,0242
JB1,7_38	1	15,9350	8,8051	0,0129	2,7059	0,0127	-0,2584	9,0832	0,0130	2,5906	0,0144
	2	13,1805	2,3641	0,0002	0,5447	0,0128	1,6102	1,0030	0,0014	0,0947	0,0127
JB1,7_38_2	1	15,8006	6,7387	0,0278	5,5041	0,0001	-0,1713	7,1126	0,0280	5,4493	0,0001
	2	15,5664	1,9089	0,0178	2,7948	0,0035	0,1773	2,0536	0,0199	2,8787	0,0027
JB1,8_38	1	54,0993	4,6763	0,1060	11,4488	0,0001	6,5636	4,1014	28003849	6,2810	0,0125
	2	54,1177	5,0991	0,0452	3,5759	0,0023	1,9373	5,0792	0,0459	4,1149	0,0029

Anexo IV. Ensayos de *breakthrough* en muestras de bentonita FEBEX **sin interfase**

En el siguiente anexo se incluyen los resultados de los ensayos de *breakthrough* en muestras de bentonita FEBEX sin y con interfase realizados en las instalaciones del Ciemat.

Las **referencias** de los ensayos se construyen mediante una combinación alfanumérica que responde a ciertas características de la muestra: **(1) BT** (ensayo de *breakthrough* sin interfase. En el caso de la celda ranurada, **RT**) o **JB** (ensayo de *breakthrough* con interfase), **(2) densidad** nominal de la muestra en g/cm³ y, **(3) diámetro** interno de la celda de acero en mm. Si hay duplicidad, el segundo se cita con el mismo nombre que el primero añadiendo (2), por ejemplo, BT1,3_50 y BT1,3_50 (2). Además, si existe variación de altura, se añade al final, la altura en cm, por ejemplo, BT1,4_38 y BT1,4_38_h2. De esta manera, se obtiene una identificación completa de cada uno de los ensayos.

En cada uno de los ensayos se incluyen:

- **Ficha:** en la que se recogen todas las variables y los cambios que las muestras experimentan durante las diferentes fases.
 1. En alguna de las muestras existe cierta incertidumbre en los *valores iniciales* de densidad seca y grado de saturación debido a la falta de comprobación.
 2. La *humedad, densidad seca y grado de saturación* indicados en la tabla de “Ensayos” corresponden al momento de finalizar cada uno de los ensayos.
 3. El valor de presión de *breakthrough* corresponde a la presión a partir de la cual se produce un flujo de gas a través de la muestra. Este término hace referencia a la medida de presión de gas necesaria para desplazar agua a través de una estructura porosa completamente saturada.
 4. Las *permeabilidades intrínsecas* (m^2) corresponden a la media de los valores más bajos calculados a partir de los depósitos de entrada y salida a la muestra. En el caso de los valores de permeabilidad al gas (m/s), vienen indicados los dos valores más bajos obtenidos debido a la diferencia en el valor de densidad del gas entre los extremos superior e inferior. Desde un punto de vista conservador, se escogen los valores de permeabilidad más bajos ya que acentuarían la sobrepresión entre el contenedor y la barrera de bentonita.
 5. Los *grados de saturación* se han calculado considerando una densidad del agua de 1 g/cm^3 , lo que al tratarse en la mayor parte de los casos, de agua adsorbida, la densidad del agua puede ser $>1\text{ g/cm}^3$, dando lugar a grados de saturación $>100\%$ (Marcial, 2011; Villar, 2002).
 6. El valor de *humedad final* corresponde a la media de los valores de humedad obtenidos mediante pesada y secado en estufa en la fase de desmontaje.
 7. El valor de *densidad seca final* corresponde a la media de los valores de densidad seca obtenidos mediante intrusión en Hg en la fase de desmontaje. En el caso del que no se dispongan de estos valores, se toma la densidad seca calculada indirectamente tras el último ensayo de *breakthrough* (Fase 4).

- **Gráficos:** **(1)** una representación general de los ensayos de *breakthrough* realizados durante las **Fases 2 y 4**, en la que se incluye las presiones de los depósitos de entrada y salida junto con las permeabilidades efectivas frente a la duración del ensayo. **(2) Ampliaciones** de los momentos previos y posteriores de cada uno de los episodios de *breakthrough* que suceden en cada fase.

Para **evaluar conjuntamente** los resultados obtenidos en las **Fases 2 y 4** se representan: **(3)** los valores de **presión breakthrough** y **residual** frente al número de episodios sucedidos en cada una de las fases y, **(4)** la **permeabilidad efectiva** ($k_{ig} \cdot k_{rg}$, m²) frente a los valores de diferencia de presión entre el depósito de entrada y salida. Además, según el ensayo, se incluyen los resultados de los ensayos de permeabilidad al agua, porosimetrías y difracción de rayos X.

- **Tablas** resumen de los principales parámetros de interés: **(1) presión de breakthrough** obtenida a partir de la diferencia de presión que hay entre el depósito de entrada y el de salida en el momento en el que comienza a haber flujo de gas a través de la muestra, **(2) presión residual** correspondientes a la diferencia de presión que queda entre ambos depósitos una vez cesa el flujo, **(3) permeabilidades efectivas** calculadas a partir de los cambios graduales de presión en cada uno de los depósitos, **(4) fracción de porosidad** ocupada por el gas antes de que tenga lugar el episodio de *breakthrough* y, **(5)** el **tiempo** previo y posterior al *breakthrough*.

IV. 1. Ensayo BT1,3_38	A.53
IV. 2. Ensayo BT1,3_50	A.62
IV. 3. Ensayo BT1,3_50(2)	A.68
IV. 4. Ensayo BT1,4_38	A.75
IV. 5. Ensayo BT1,4_38_h2.....	A.82
IV. 6. Ensayo BT1,4_50	A.87
IV. 7. Ensayo BT1,5_38	A.93
IV. 8. Ensayo BT1,5_38_h2.....	A.101
IV. 9. Ensayo BT1,5_50	A.104
IV. 10. Ensayo BT1,6_38	A.110
IV. 11. Ensayo BT1,6_50	A.116
IV. 12. Ensayo BT1,7_38	A.122
IV. 13. Ensayo BT1,7_50	A.129
IV. 14. Ensayo BT1,8_38	A.133
IV. 15. Ensayo BT1,8_50_h2.....	A.139
IV. 16. Ensayo RT1,7_38 (CELDA RANURADA)	A.143

IV. 1. Ensayo **BT1,3_38****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,20
Volumen molde (cm ³)	58,98	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,30	Humedad inicial (%)	13,9
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,26	Grado de saturación (%)	33
Presión de compactación (MPa)	1,4	Fecha de fabricación	29/01/13

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S _r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	161	36,7	1,28	90	0,6-1,2	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(a)	188	35,4	1,42	107	2,6	0,8	$4,0 \cdot 10^{-20}$	$4,1 \cdot 10^{-13}$	$1,3 \cdot 10^{-13}$
					1,4	0,8	$6,1 \cdot 10^{-22}$	$5,9 \cdot 10^{-15}$	$2,1 \cdot 10^{-15}$
					1,6	0,8	$5,8 \cdot 10^{-22}$	$5,0 \cdot 10^{-15}$	$1,5 \cdot 10^{-15}$
2º saturación	128	34,9	1,42	105	0,6	--	--	--	--
2º gas breakthrough ^(b)	49	33,8	1,42	102	2,7	0,0	--	--	--
					2,2	0,0	--	--	--
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje

				w Exterior (%)	w Interior (%)	w Interior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,41±0,01	Por secciones	Superior	34,1	33,7	33,0	1,42	101
Peso seco final (g)	74,24		Media	34,1	33,9	34,1	1,40	99
			Inferior	33,7	33,9	34,0	1,40	98
Altura final (cm)	4,65	Humedad final (%) ^(b)		33,8±0,4			1,41	99

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,26 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 5,20 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 161 días, la densidad seca pasa a ser de $1,28 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 36,7 %.

El primer valor de *breakthrough* (2600 kPa) de la **Fase 2** (Figura IV.1) es más elevado que los dos restantes (1400 y 1600 kPa). En este primer episodio, el flujo de gas cesa transcurridas 48 h, a diferencia de las 1248 y 1680 h necesarias, en el segundo y tercer episodio, respectivamente. El primer episodio se estabiliza en un periodo de tiempo más corto que los otros dos restantes, que tienen lugar de manera más gradual en el tiempo. Al ampliar el primer episodio (Figura IV.2), se observa un cambio gradual de la presión entre ambos depósitos que permite el cálculo de permeabilidades.

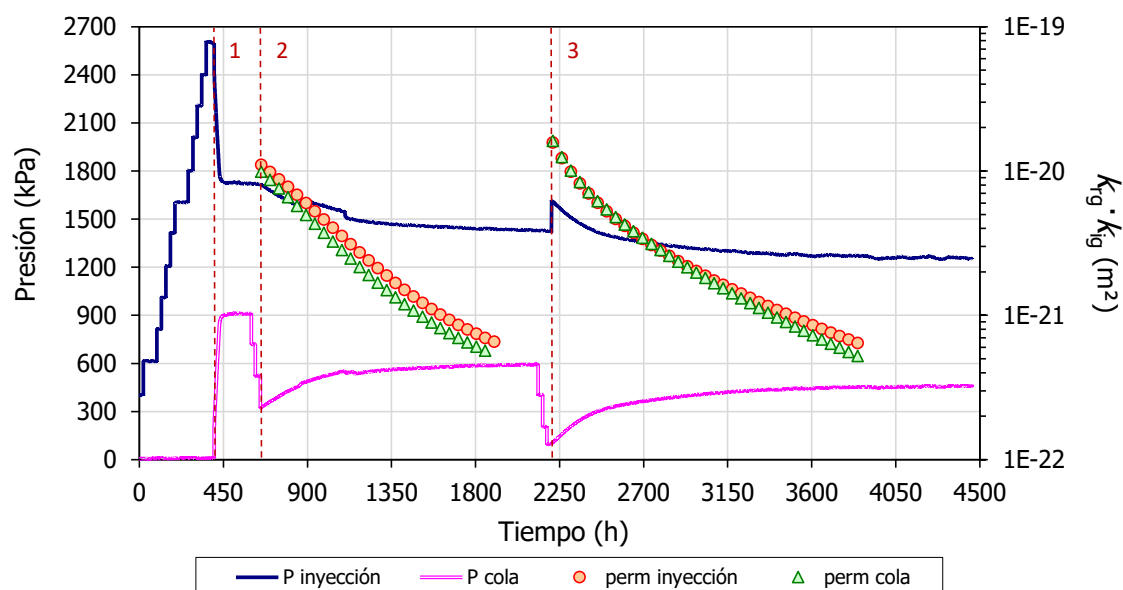


Figura IV.1. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,3_38.

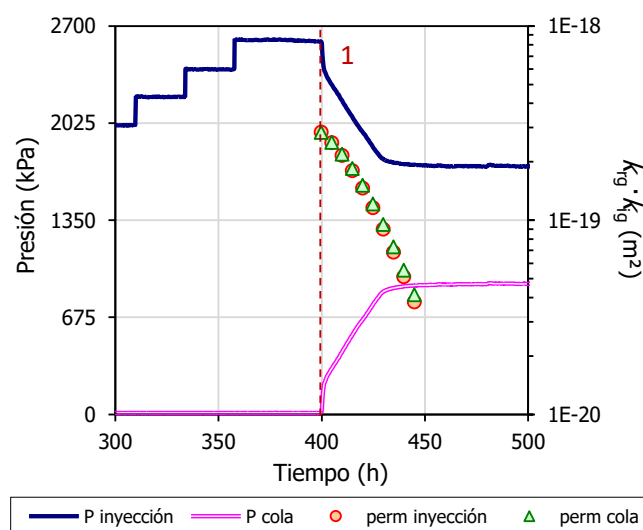


Figura IV.2. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del primer episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,3_38.

Al ampliar cada uno de los episodios en el momento en el que se produce el *breakthrough*, se observa que los valores de presión de entrada y salida cambian de manera simétrica en ambos depósitos. En el primer episodio, se registra un aumento en la tasa de flujo de gas transcurridos los 10 primeros minutos (Figura IV.3a, línea puntos), posiblemente a causa del aumento de tamaño de las trayectorias por las que circula dicho gas. En cuanto a los otros dos episodios (Figura IV.3b,c), el paso de gas se produce de manera más lenta y gradual en el tiempo.

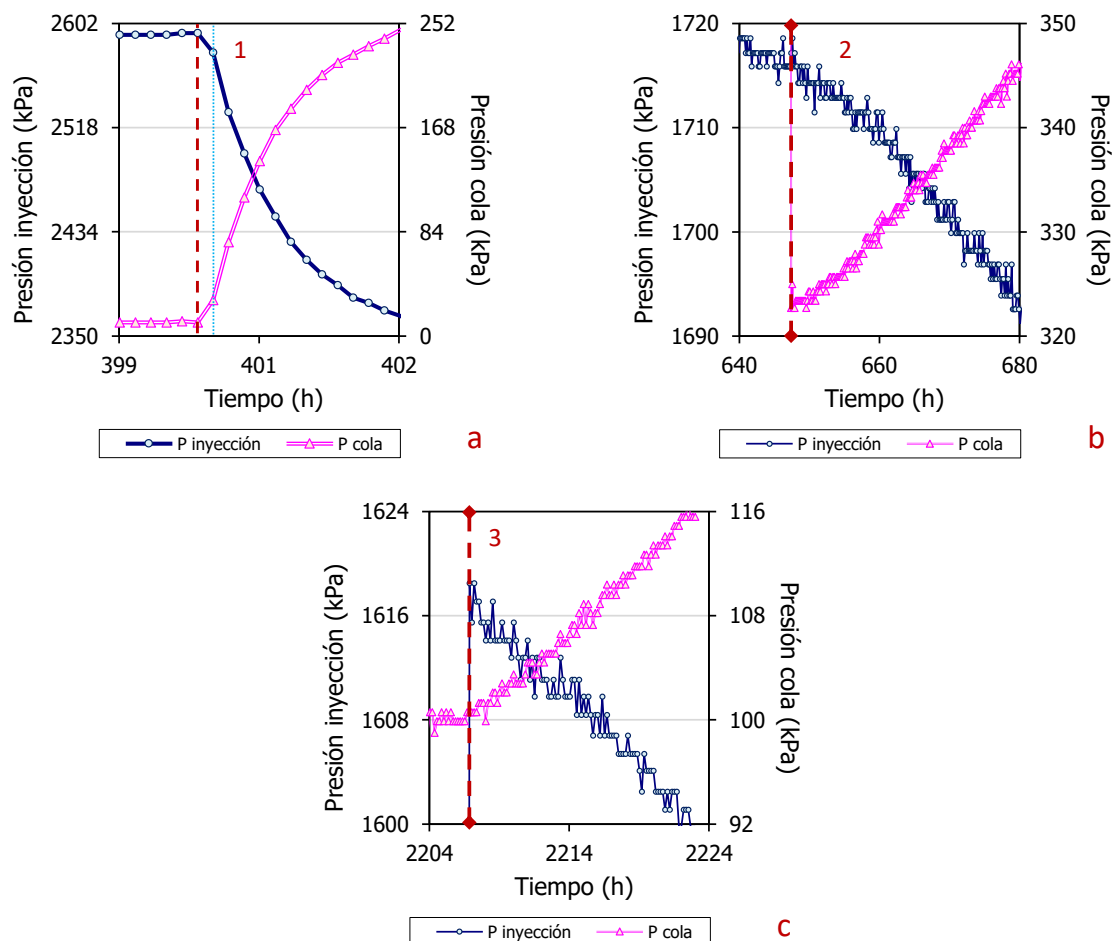


Figura IV.3. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los tres episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo BT1,3_38.

Si se amplía el momento previo antes de que tengan lugar los tres episodios de *breakthrough* se observa que, en el último escalón realizado antes del primer episodio (Figura IV.4a), la presión en el depósito de entrada desciende antes de que se registre un aumento en la presión en el depósito de salida. El gas entra en la muestra y pasa a rellenar el espacio poroso disponible antes de que se produzca el *breakthrough*. En este caso, la fracción de porosidad ocupada por el gas es de $\sim 1,24\%$ transcurridas 41 h desde el inicio del último escalón. El segundo y tercer episodio (Figura IV.4b,c) suceden tras realizar el último escalón. Dicha inmediatez se debe a que las trayectorias de paso de gas ya estaban formadas posiblemente con gas residual del primer *breakthrough*.

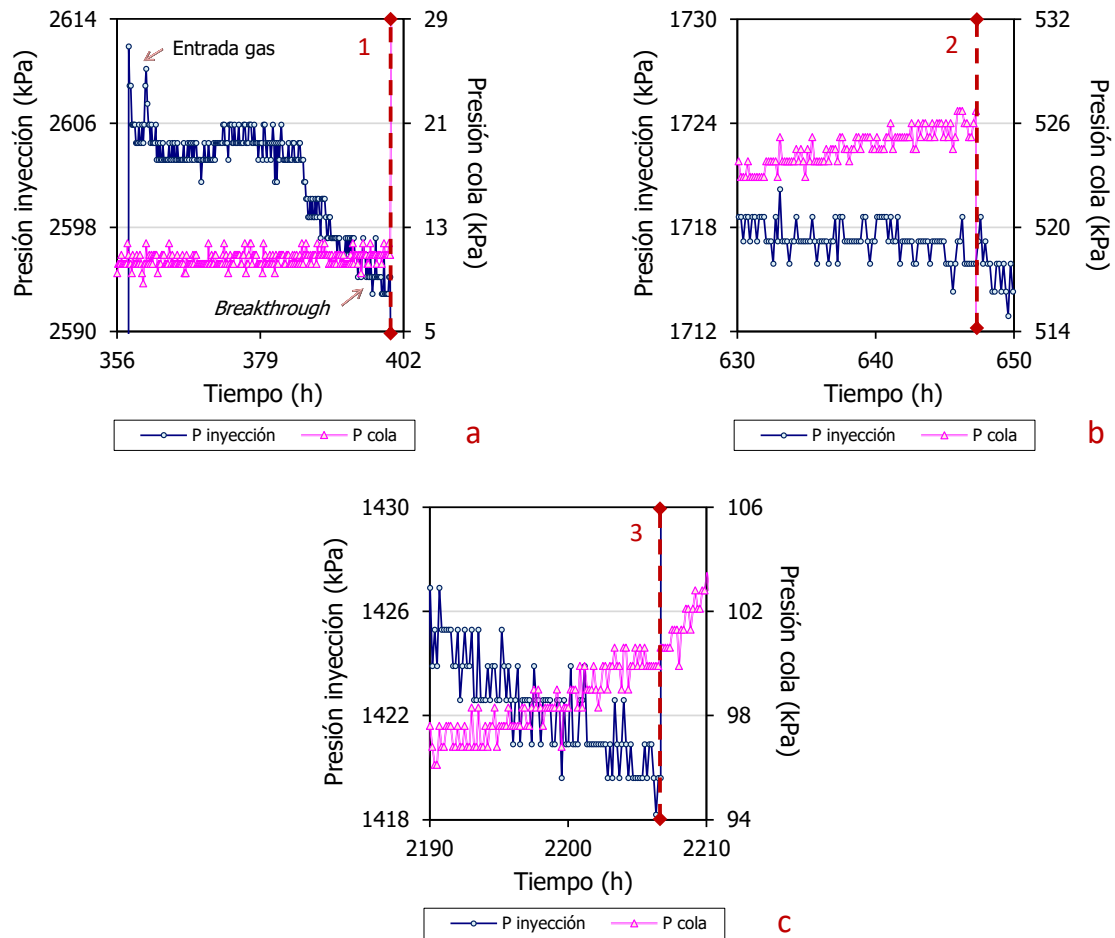


Figura IV.4. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,3_38.

Al final de cada uno de los episodios hay un punto a partir del cual la diferencia de presión entre ambos depósitos se mantiene constante, momento en el que deja de haber flujo a través de la muestra. Los valores de permeabilidad disminuyen conforme se hace más pequeña la diferencia de presión entre ambos extremos de la muestra (Figura IV.5). Los valores de permeabilidad efectiva, calculados a partir del depósito de entrada y salida, son prácticamente iguales y, el valor más bajo obtenido es de $5,8 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$. Sin embargo, las permeabilidades al gas, al depender de la densidad del gas distinta en cada uno de los extremos, varían de un extremo a otro de la muestra, incluso un orden de magnitud. En este ensayo las permeabilidades al gas obtenidas son de aproximadamente 10^{-15} m/s , y la diferencia entre ambos extremos es inferior al orden de magnitud.

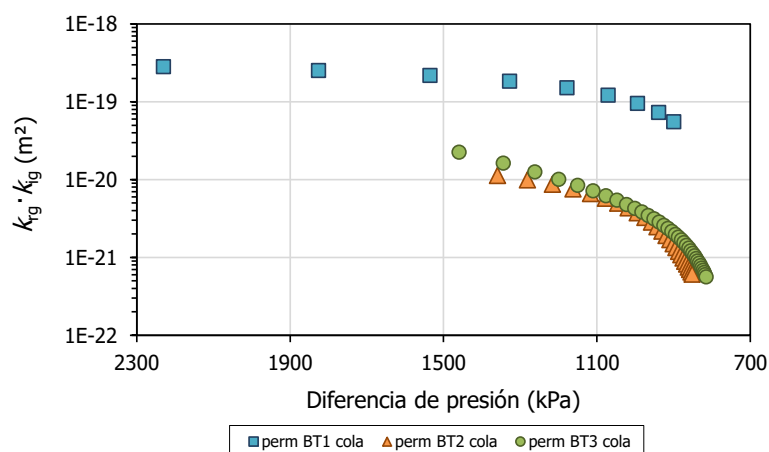


Figura IV.5. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en la Fase 2 del ensayo BT1,3_38 (representado en el sentido del ensayo).

Tras la Fase 2, la densidad seca de la muestra sufre un aumento considerable hasta un valor de 1,42 g/cm³, mientras la humedad disminuye (35,4 %). Tras la resaturación de la muestra (**Fase 3**) durante 128 días, la densidad seca se mantiene constante.

Durante la **Fase 4** (Figura IV.6), después de la resaturación, tienen lugar dos episodios de *breakthrough*. La presión inicial fijada en el depósito de entrada es 200 kPa superior a la establecida en la fase anterior. Al igual que se observaba en la Fase 2, el primer valor de presión de *breakthrough* (2700 kPa) es superior al segundo (2200 kPa), aunque en este caso la diferencia de presión entre ambos no es tan grande como en el caso anterior. En ninguno de los episodios sucedidos ha sido posible calcular la permeabilidad. El gas ha pasado de manera instantánea en ambos, en un intervalo de tiempo equivalente al tiempo de muestreo entre dos medidas sucesivas.

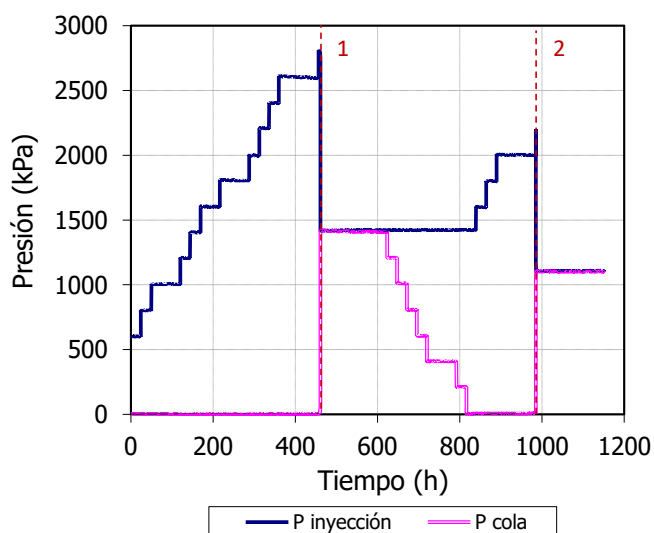


Figura IV.6. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 4 del ensayo BT1,3_38.

Si se amplían los momentos en los que suceden los dos episodios de *breakthrough*, se observa que, aunque en el primero de ellos se establezca un modesto flujo de gas al inicio (Figura IV.7a), ambos se estabilizan completamente en 20 min, lo que equivale a dos medidas consecutivas (Figura IV.7a,b). A su vez, el flujo de gas establecido es simétrico en

ambos depósitos, y en los dos episodios presenta una tasa inicial de aproximadamente 103 kPa/min, que cae a 30 kPa/min transcurridos los primeros 10 min.

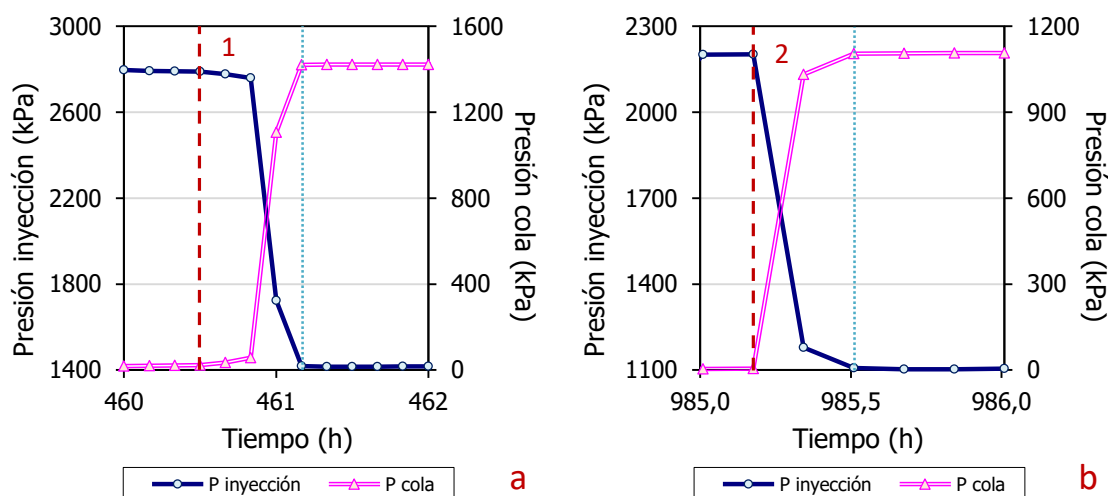


Figura IV.7. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_38.

Al ampliar el último escalón realizado en ambos episodios se observa que, en el primero de ellos (Figura IV.8a), se produce un discreto flujo de gas antes de que suceda el *breakthrough*. Sin embargo, el segundo episodio (Figura IV.8b) sucede a los pocos minutos de realizar el escalón, lo que hace pensar que las trayectorias de paso de gas estaban prácticamente formadas.

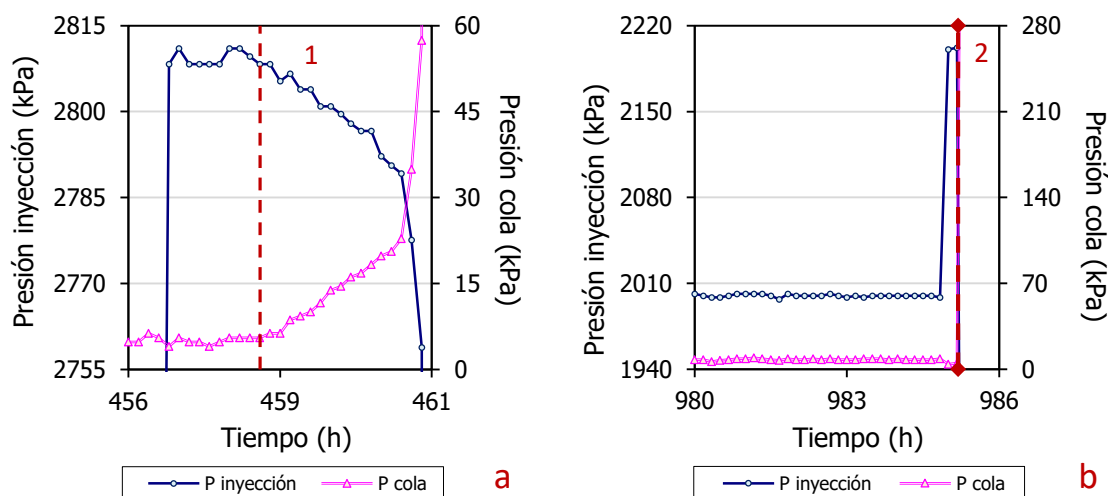


Figura IV.8. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_38.

En el escalón previo al primer episodio se observa una tendencia principal de entrada de gas a la muestra a la que se le superponen las oscilaciones térmicas diarias del laboratorio (Figura IV.9a). La fracción de porosidad ocupada por el gas antes de que suceda el *breakthrough* es de ~1,25 %. En el escalón previo del segundo episodio (Figura IV.9b), ya se estaba registrando un leve flujo de gas a través de la muestra, lo que hace pensar que las trayectorias de gas ya estaban formadas y se amplían con el incremento de presión. Por ello, el segundo *breakthrough* tiene lugar a los pocos minutos de subir la presión en el depósito de entrada.

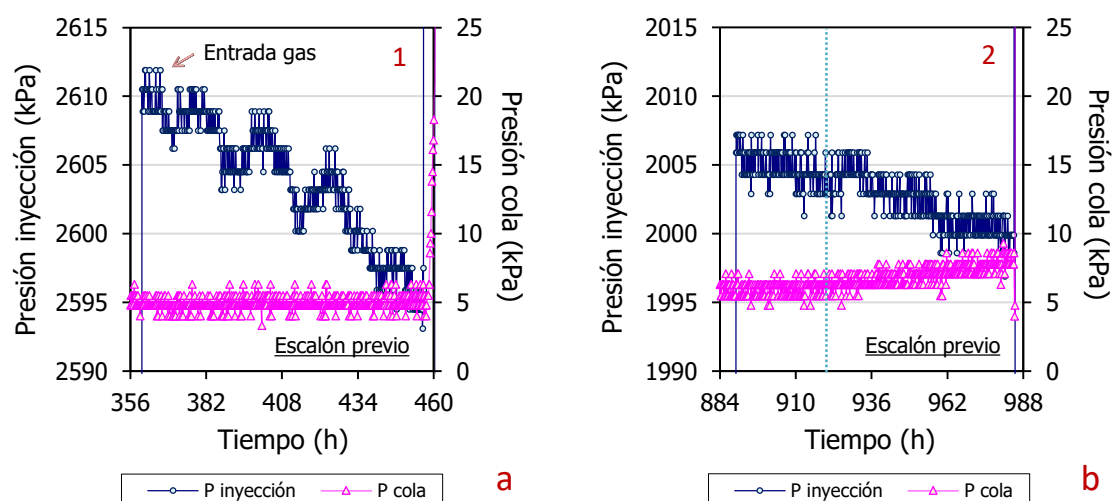


Figura IV.9. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el escalón previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_38.

En las **Fases 2 y 4** se observa una disminución en el valor de presión de *breakthrough* del primer episodio al segundo que podría deberse a una leve desaturación parcial de la muestra o desplazamiento del agua de unas zonas a otras, ya que durante el transcurso del ensayo no hay aporte de agua, afectando a las propiedades de resistencia al paso de gas (Figura IV.10, Tabla IV.1). Sin embargo, el primer episodio de *breakthrough* obtenido en la Fase 4 es ligeramente superior al de la Fase 2 por lo que durante el proceso de restauración (Fase 3) la muestra recupera sus condiciones iniciales.

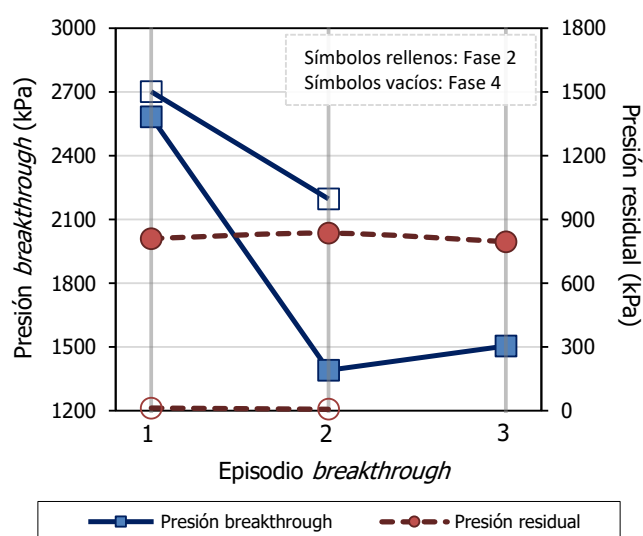


Figura IV.10. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_38.

La presión residual entre ambos depósitos tras el cese de flujo es semejante en los tres episodios de *breakthrough* de la Fase 2 y de 10 kPa en los dos episodios de la Fase 4 (Figura IV.10, Tabla IV.1). Si se toma 10 kPa como error instrumental (~ 8 kPa), se supone que las presiones en ambos depósitos se igualan. A pesar de esto último, las trayectorias de paso de gas se han cerrado ya que el siguiente episodio necesita una presión semejante al primero para alcanzar el *breakthrough*.

Tabla IV.1. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	400	1,24	2600	44	800	$4,0 \cdot 10^{-20}$	1,42	35,4	107
	2	52	--	1400	1481	800	$6,1 \cdot 10^{-22}$			
	3	81	--	1600	1587	800	$5,8 \cdot 10^{-22}$			
4	1	461	1,25	2700	<1	0	--	1,42	33,8	102
	2	364	--	2200	<1	0	--			

(a) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). (b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (c) Mínimo valor.

El valor de densidad seca sufre un aumento tras el primer ensayo de *breakthrough* (Fase 2) de 1,28 a 1,42 g/cm³, y se mantiene prácticamente constante hasta el desmontaje. Este aumento se produce debido a una disminución en la altura de 5,2 a 4,6 cm por compresión durante el ensayo de *breakthrough* debido a las elevadas presiones aplicadas (2600 kPa) en una muestra con una densidad seca inicialmente baja (1,26 g/cm³).

El análisis de las tres secciones tras el desmontaje muestra que transversalmente no existe una variación significativa. Sin embargo, longitudinalmente, la parte superior se encuentra ligeramente más seca y, por tanto, más densa (con un promedio de 33,4 % y 1,42 g/cm³) que la zona interior (con un promedio de 34,0 % y 1,40 g/cm³). No sucede lo mismo con la parte externa analizada, siendo las secciones media y superior las más húmedas (34,1 %). Que la sección superior se encuentre más seca puede deberse a su contacto directo con el gas durante el ensayo de *breakthrough*.

Se han realizado análisis de porosimetría y difracción de rayos X. En la Figura IV.11 quedan representadas las curvas obtenidas para los dos fragmentos extraídos de la parte superior e inferior. Se observan dos familias bien diferenciadas, una dentro del rango de la macroporosidad y otra en el rango de la mesoporosidad, distribución habitual de la bentonita FEBEX. Ambos extremos presentan un porcentaje de macro y mesoporos semejante, además de modas parecidas (Tabla IV.2).

En cuanto a los espaciados basales analizados en las secciones superior e inferior, indican la presencia de esmectita con dos capas de agua en la interlámina en ambas secciones, y la parte inferior, más húmeda, presenta la combinación de dos y tres capas de agua en la interlámina (Tabla IV.2).

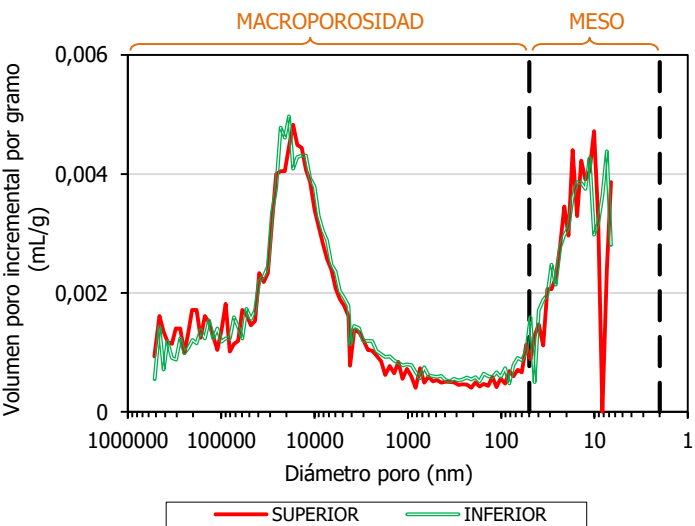


Figura IV.11. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior e inferior de la muestra tras el desmontaje del ensayo BT1,3_38.

Tabla IV.2. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio y difracción de rayos X del ensayo BT1,3_38.

BT1,3_38	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm	Espaciado (Å) ^(b)
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)	
SUPERIOR	1,42	33,0	39	16931	17	10	44	16,8
INFERIOR	1,40	34,0	39	18793	17	7	44	16,9

^(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm. ^(b) Media ponderada de los espaciados obtenidos teniendo en cuenta la intensidad relativa de cada uno de ellos.

IV. 2. Ensayo **BT1,3_50****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	4,98
Volumen molde (cm ³)	97,83	Sección (cm ²)	19,63
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,30	Humedad inicial (%)	14,9
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,29	Grado de saturación (%)	37
Presión de compactación (MPa)	2,9	Fecha de fabricación	30/01/12

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	345	40,4	1,34	107	0,2-0,4	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	51	40,3	1,33	106	1,5	0,5	$1,8 \cdot 10^{-20}$	$7,1 \cdot 10^{-14}$	--
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
2º saturación	209	40,3	1,33	105	0,6-0,7	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i> ^(a)	183	37,5	1,36	103	1,6	0,5	$4,3 \cdot 10^{-22}$	$2,8 \cdot 10^{-15}$	$1,1 \cdot 10^{-15}$
					1,0	0,6	$8,7 \cdot 10^{-22}$	$4,5 \cdot 10^{-15}$	$8,2 \cdot 10^{-17}$
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje

				w Exterior (%)	w Interior (%)	w Interior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	S_r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,34±0,01	Por secciones	Superior	37,1	36,7	36,9	1,34	98
Peso seco final (g)	126,01		Media	--	--	--	--	--
			Inferior	38,4	38,3	37,6	1,33	100
Altura final (cm)	4,77	Humedad final (%) ^(b)		37,5±0,7			1,34	99

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,29 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 50 mm de diámetro y una altura inicial de 4,98 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 345 días, la densidad seca pasa a ser de $1,34 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 40,4 %.

La presión inicial fijada en el depósito de entrada en la **Fase 2** es ligeramente superior (600 kPa) al establecido como referencia (400 kPa). Tras el primer episodio de *breakthrough* a 1500 kPa, se produce una pérdida de gas en el depósito de salida debido a una fuga en el sistema, por lo que la permeabilidad, en ese caso, solo se calcula a partir de las presiones del depósito de entrada. Las permeabilidades efectivas y al gas disminuyen conforme también lo hace la diferencia de presión dando como valores más bajos $1,8 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$ y $7,1 \cdot 10^{-14} \text{ m/s}$.

Aunque no se advirtió al comienzo del ensayo, la presión del depósito de salida experimenta un aumento hasta igualarse con la presión atmosférica, señal de que el depósito se encuentra en conexión con el exterior. Una vez estabilizado el primer episodio, se dispone a realizar el siguiente disminuyendo la presión en el depósito de salida, aunque sin éxito, porque la fuga sigue presente en el sistema, aumentando la presión en dicho depósito hasta la presión atmosférica.

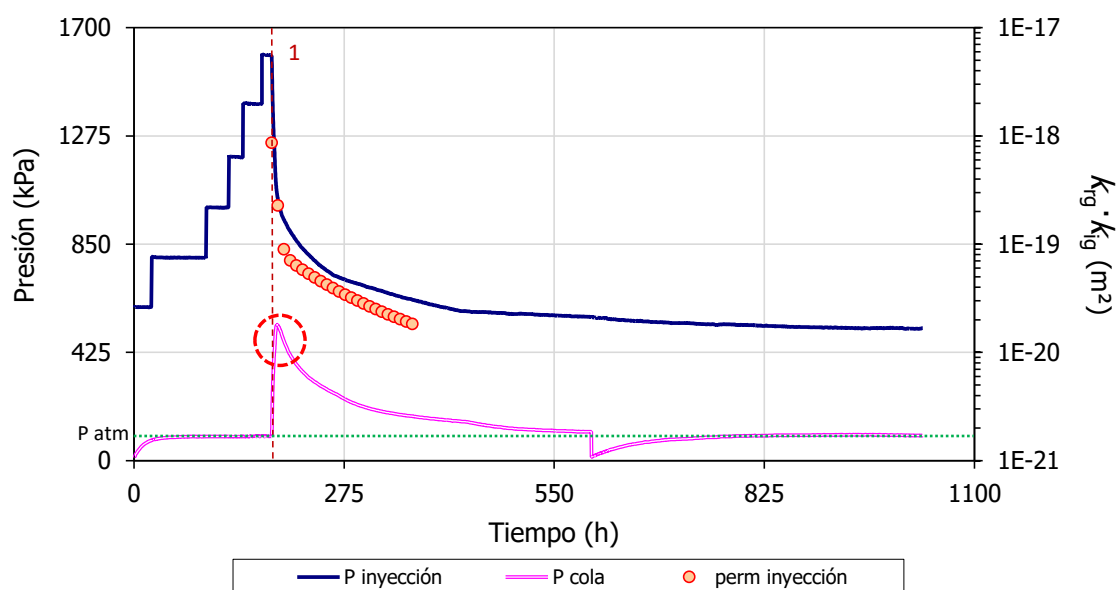


Figura IV.12. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,3_50.

Si se amplía el último escalón realizado antes del *breakthrough*, se observa que la presión en el depósito de entrada cae antes de que aumente la presión en el depósito de salida (Figura IV.13a). Durante esas 11 h, el gas inyectado pasa a rellenar la porosidad disponible ocupando un $\sim 0,46 \%$ de la porosidad total de la muestra. Una vez sucedido el *breakthrough*, el paso de gas tiene lugar de manera simétrica y gradual en ambos depósitos y no se registran cambios significativos en la tasa de flujo de gas (Figura IV.13b).

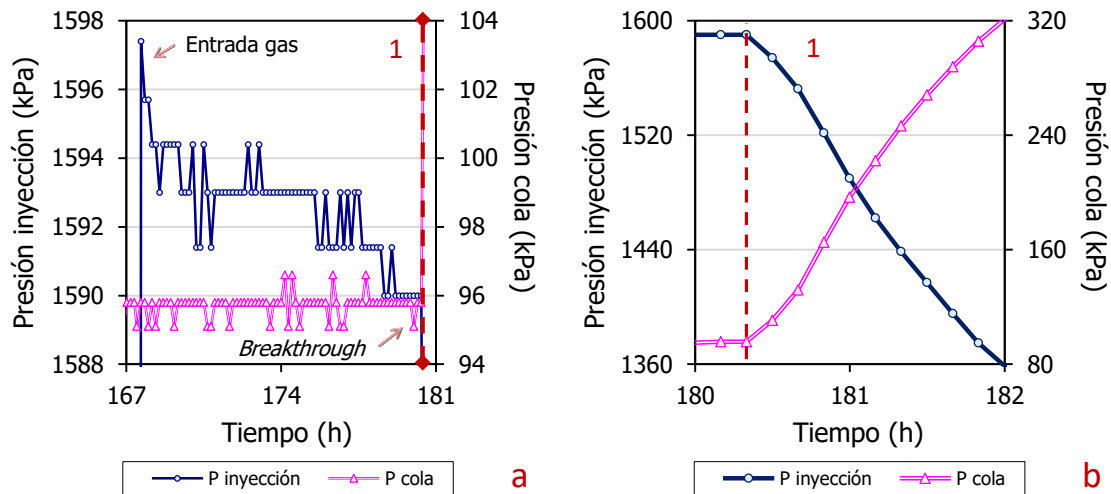


Figura IV.13. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,3_50. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

La **Fase 4** (Figura IV.14) transcurre sin ningún incidente instrumental, aunque con un comportamiento semejante a la Fase 2. El primer valor de presión de *breakthrough* tiene lugar a 1600 kPa y el segundo a 1000 kPa. En este caso, las permeabilidades efectivas calculadas a partir de los depósitos de entrada y salida son de un orden de magnitud de 10^{-22} m^2 .

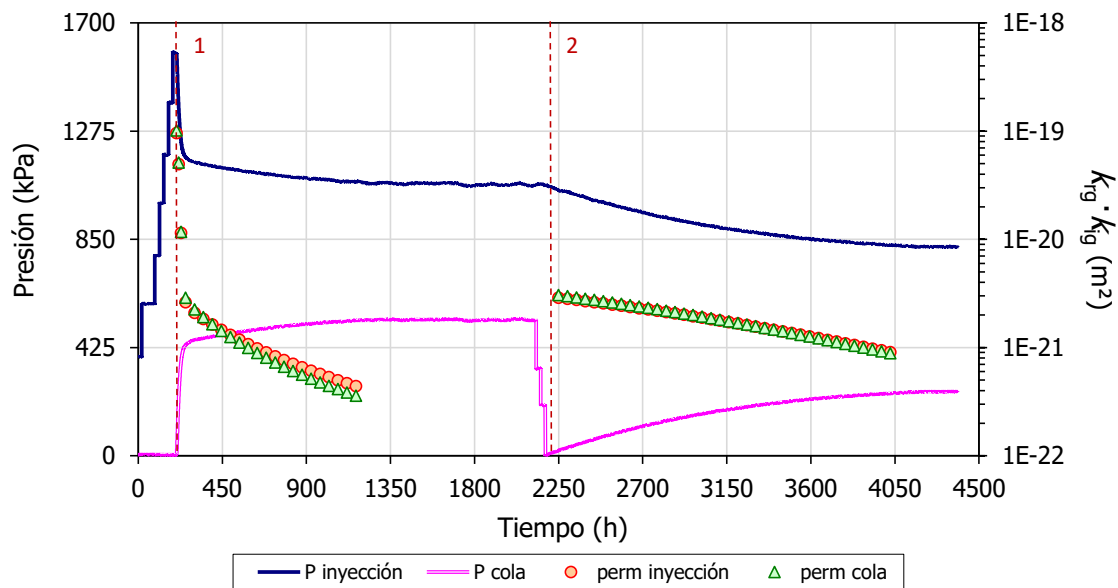


Figura IV.14. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50.

La tasa de flujo es mayor en el primer episodio (Figura IV.15a) y tiene lugar a las pocas horas de haber realizado el último escalón (Figura IV.15b). Sin embargo, el segundo se produce en el momento en el que se realiza el último escalón porque al parecer, las trayectorias estaban prácticamente formadas en el escalón previo. Tras producirse el *breakthrough*, las tendencias del paso de gas en ambos depósitos son simétricas y graduales.

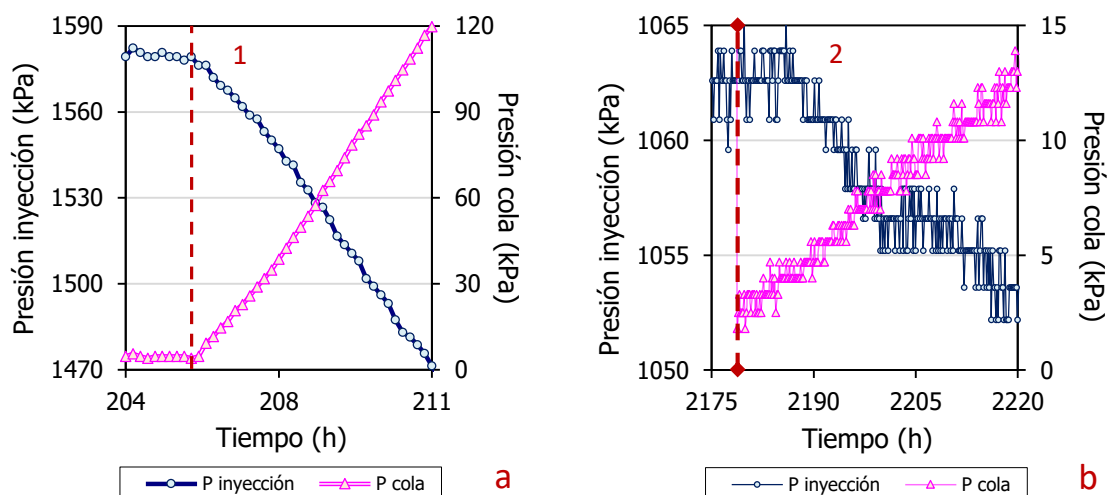


Figura IV.15. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50.

Se registra una entrada de gas en los dos últimos escalones previos al primer episodio (Figura IV.16a,b). El gas inyectado pasa a rellenar la porosidad disponible ocupando un $\sim 0,78\%$ con respecto a la porosidad total de la muestra.

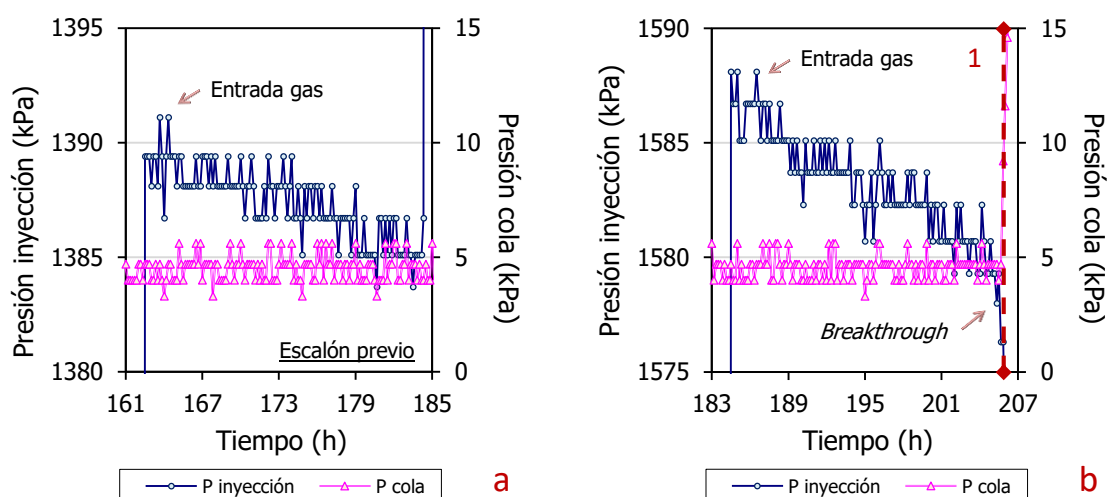


Figura IV.16. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al primer episodio de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50. a) Escalón previo, b) último escalón realizado.

Es necesario superar las presiones residuales para mantener el flujo de gas a través de la muestra (Figura IV.17, Tabla IV.4). Dichas presiones presentan valores semejantes en el conjunto de episodios realizados durante las **Fases 2 y 4**. En cuanto a los valores de presión de *breakthrough*, los correspondientes a los primeros episodios son muy semejantes entre sí y, sin embargo, el segundo episodio de la Fase 4 desciende hasta 1000 kPa.

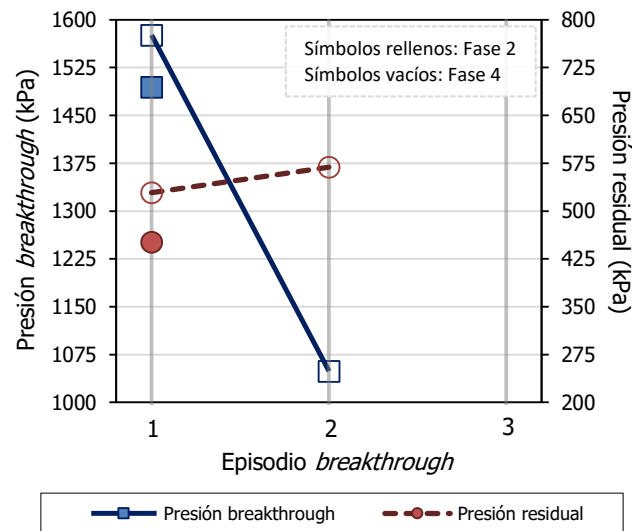


Figura IV.17. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_50.

Tabla IV.3. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_50.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n _{gas} /n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2	1	180	0,46	1500	184	500	1,8·10 ⁻²⁰	1,33	40,3	106
4	1	205	0,78	1600	802	500	4,3·10 ⁻²²	1,36	37,5	103
	2	71	--	1000	1824	600	8,7·10 ⁻²²			

^(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

En la Figura IV.18 se muestra cómo van disminuyendo las permeabilidades conforme la diferencia de presión entre ambos depósitos se hace más pequeña. Los valores de permeabilidad calculados en la Fase 4 acaban siendo del mismo orden de magnitud (10⁻²² m²) aunque la tendencia seguida sea más homogénea en el segundo episodio, probablemente asociada a una tasa de flujo de gas más lenta.

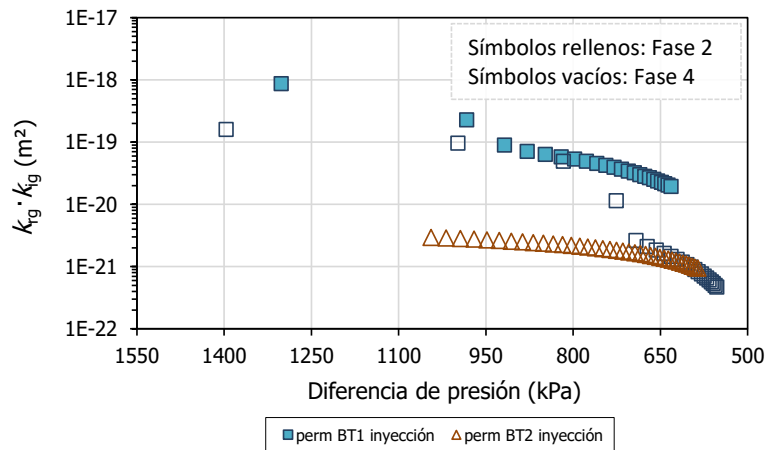


Figura IV.18. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_50 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje, se ha medido la humedad en diferentes secciones de la muestra. Transversalmente no hay una variación significativa, encontrándose ligeramente más

húmeda la parte externa. Longitudinalmente presenta una ligera gradación, siendo ligeramente menos húmeda y más densa en la zona superior (con un promedio de 36,9 % y 1,42 g/cm³) que en la inferior (con un promedio de 38,1 % y 1,40 g/cm³), posiblemente debido al contacto con el gas nitrógeno.

Con las secciones obtenidas de la parte superior e inferior se realizaron porosimetrías para determinar la proporción en macro, meso y microporos. En la Figura IV.19 se observan dos familias principales de poros, siendo mucho más elevado el porcentaje en macroporos que mesoporos. Tanto la sección superior como la inferior presentan porcentajes semejantes en los tres rangos definidos (Tabla IV.4). El tamaño de poro más abundante, dentro del rango de macroporosidad, es inferior en la parte superior, lo que puede ser debido a su aumento de densidad seca. Sin embargo, la moda en el rango de la mesoporosidad es semejante en ambos extremos.

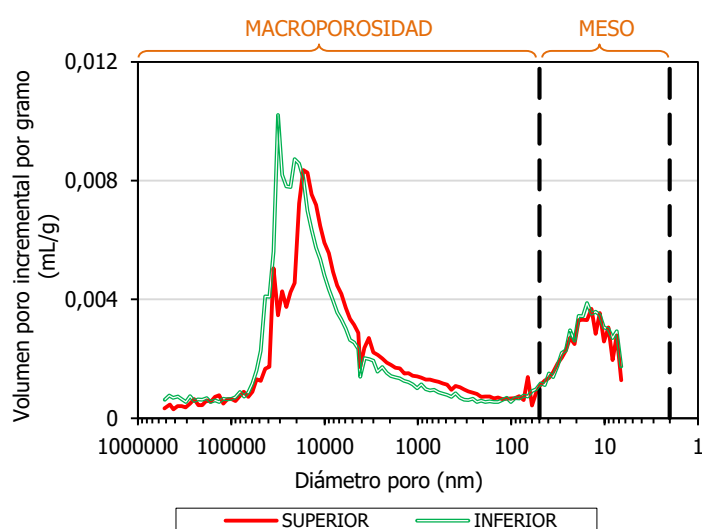


Figura IV.19. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior e inferior de la muestra tras el desmontaje del ensayo BT1,3_50.

Tabla IV.4. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio del ensayo BT1,3_50.

BT1,3_50	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)
SUPERIOR	1,34	36,7	47	16929	13	14	40
INFERIOR	1,33	38,3	49	31661	14	15	37

^(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

IV. 3. Ensayo **BT1,3_50(2)****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	4,84
Volumen molde (cm ³)	94,96	Sección (cm ²)	19,63
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,30	Humedad inicial (%)	14,1
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,33	Grado de saturación (%)	37
Presión de compactación (MPa)	3,7	Fecha de fabricación	11/05/12

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	172	39,0	1,27	94	0,2-0,6	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	62	38,3	1,35	103	1,4	0,7	$8,6 \cdot 10^{-22}$	$6,5 \cdot 10^{-15}$	$1,7 \cdot 10^{-15}$
					1,0	0,7	$2,8 \cdot 10^{-21}$	$1,5 \cdot 10^{-14}$	$4,8 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	154	38,9	1,34	104	0,2	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i> ^(a)	72	38,3	1,36	105	1,6	0,5	$1,1 \cdot 10^{-21}$	$7,3 \cdot 10^{-15}$	$4,0 \cdot 10^{-15}$
					0,8	0,6	$1,5 \cdot 10^{-21}$	$8,7 \cdot 10^{-15}$	$2,7 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,34±0,02	Humedad final (%) ^(b)	38,3±0,9	Por secciones	Superior	37,6	1,35	102
Peso seco final (g)	126,15	Altura final (cm)	4,76		Media	38,1	1,35	103
					Inferior	39,3	1,32	101

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,33 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 50 mm de diámetro y una altura inicial de 4,84 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 172 días, la densidad seca pasa a ser de $1,27 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 39,0 %.

Tras el primer episodio de *breakthrough* de la **Fase 2**, con un valor de 1400 kPa (Figura IV.20), los valores de presión trazan una pendiente más suavizada que se pronuncia transcurridas 50 horas (Figura IV.21). Este cambio de tendencia puede deberse al ensanchamiento de las trayectorias de paso de gas establecidas. El segundo episodio tiene lugar a una presión menor de 1000 kPa tras disminuir la presión en el depósito de salida.

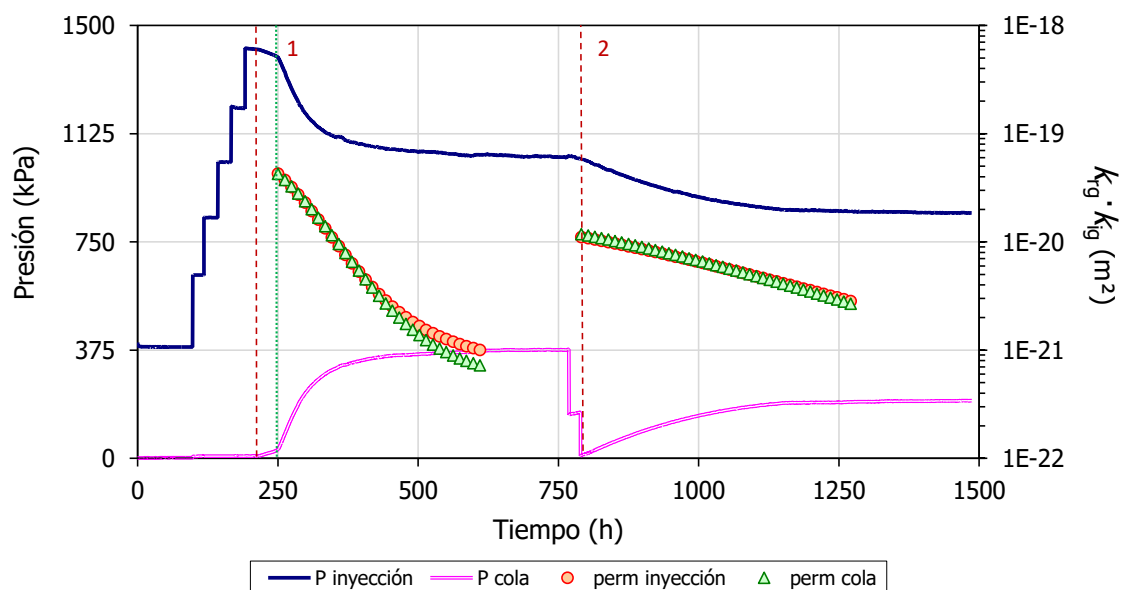


Figura IV.20. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,3_50(2).

En el primer episodio, la permeabilidad se calcula a partir del momento en el cual la tendencia de la pendiente se hace constante (Figura IV.20, línea puntos). Conforme los depósitos se van estabilizando, se observa un comportamiento poco común en el que las permeabilidades efectivas en el extremo de entrada y salida se van haciendo ligeramente distintas. Los valores más bajos de permeabilidad efectiva calculados son de $8,6 \cdot 10^{-22}$ y $2,8 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ para el primer y segundo *breakthrough*, respectivamente. Las permeabilidades al gas a la entrada y salida de la muestra se mantiene constantes a un orden de magnitud 10^{-15} m/s en el primer *breakthrough*, y varían entre $4,8 \cdot 10^{-16}$ y $1,5 \cdot 10^{-14} \text{ m/s}$ durante el segundo episodio.

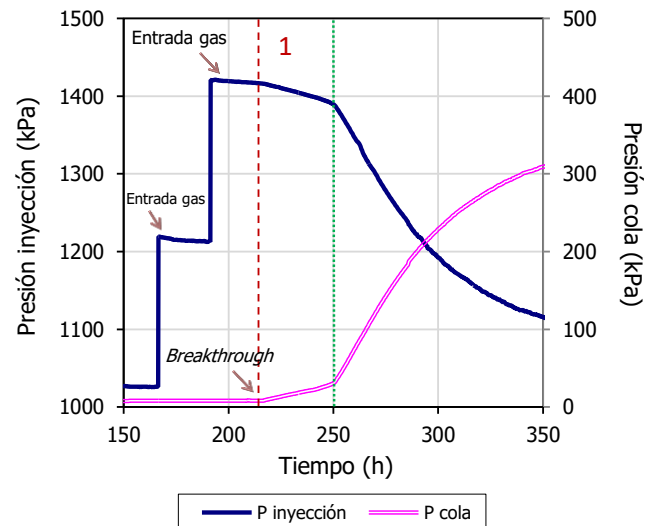


Figura IV.21. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del primer episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,3_50(2).

Si se analizan en detalle los dos últimos escalones realizados se observa una entrada de gas en ambos (Figura IV.22a,b). Durante ese periodo de tiempo, el gas inyectado entra en el interior de la bentonita rellenando un volumen de porosidad de $\sim 1,01\%$ con respecto al volumen total de porosidad de la muestra.

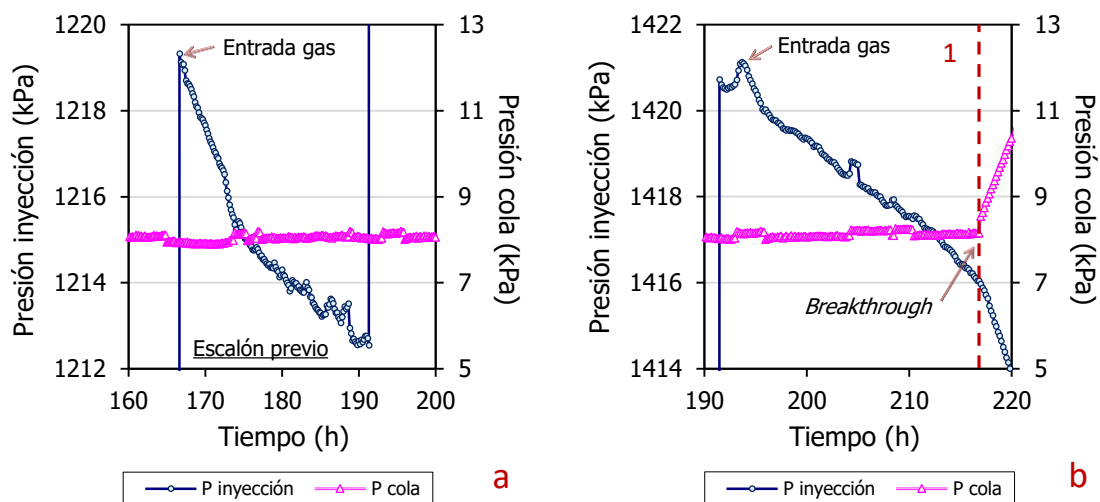


Figura IV.22. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al primer episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,3_50(2). a) Escalón previo, b) último escalón realizado.

En el escalón previo al segundo episodio se registra cierto flujo de gas (Figura IV.23a) y por ello, el *breakthrough* tiene lugar tras realizar el último escalón (Figura IV.23b). Tras el *breakthrough* el cambio entre las presiones de ambos depósitos es simétrico y tiene lugar de manera gradual.

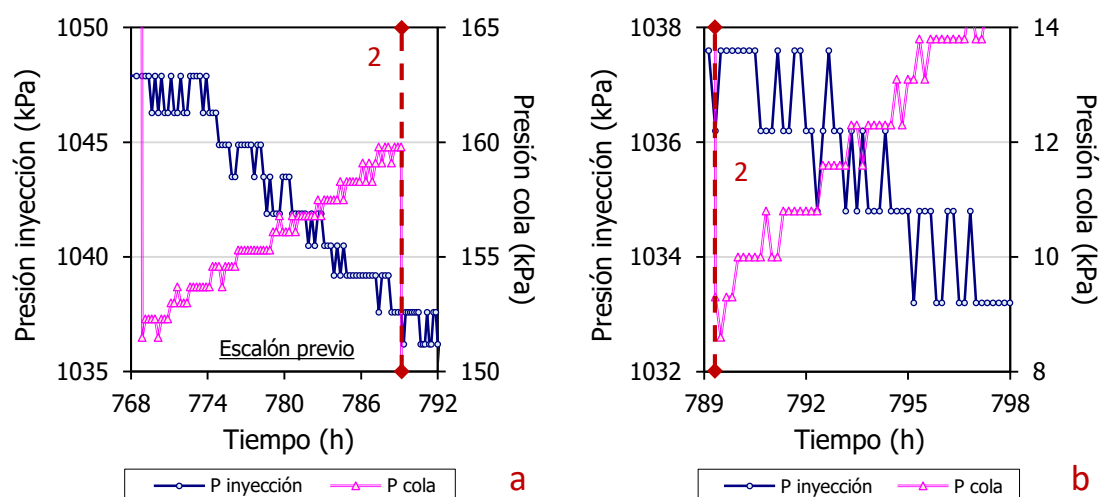


Figura IV.23. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el segundo episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,3_50(2). a) Escalón previo, b) momento posterior al breakthrough.

La **Fase 4** queda representada en la Figura IV.24, la cual muestra otro ejemplo de cómo el primer valor de presión de *breakthrough* es superior al segundo. El primero tiene lugar a una presión de 1600 kPa y el segundo a 800 kPa. Las permeabilidades efectivas más bajas calculadas durante la Fase 4 son de $1,1 \cdot 10^{-21}$ y $1,5 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ para el primer y segundo episodio, respectivamente. Las permeabilidades al gas obtenidas son semejantes, con exponentes de un orden de magnitud de 10^{-15} m/s . En el segundo episodio, los valores de presión de ambos depósitos no llegan a estabilizarse completamente transcurrido un largo periodo de tiempo registrando una caída lenta y continua en la diferencia de presión. Este es un ejemplo en el que los caminos establecidos no acaban de cerrarse por completo permitiendo un escaso flujo de gas a través de la muestra.

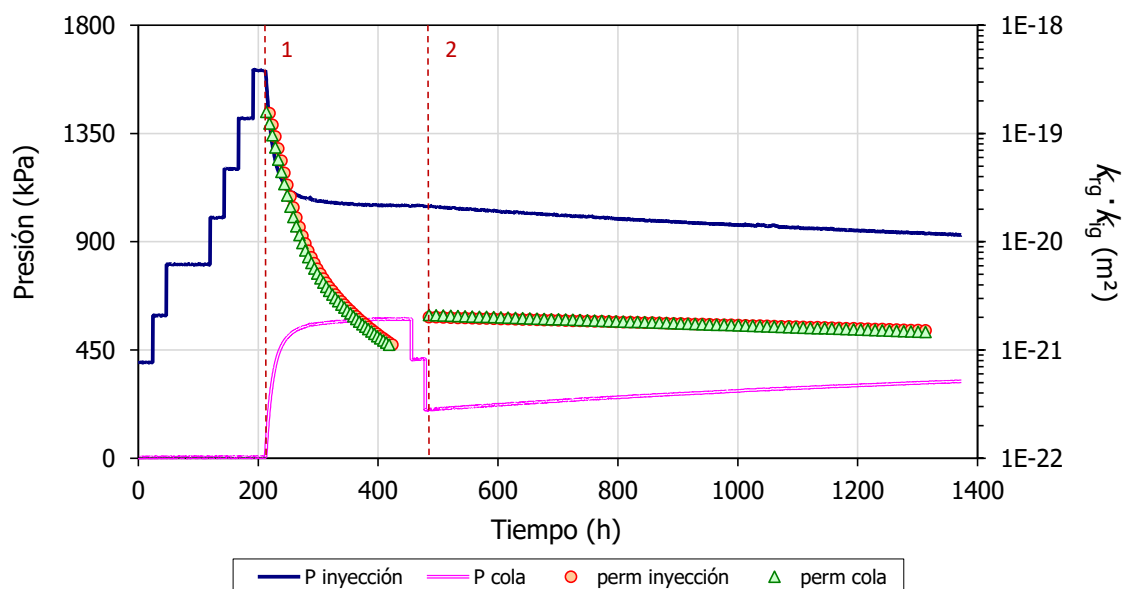


Figura IV.24. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50(2).

El flujo de gas establecido tras los dos episodios de *breakthrough* de la Fase 4 es simétrico entre ambos depósitos y gradual. El primero de ellos sucede a las pocas horas de haber

realizado el último escalón (Figura IV.25a) y, sin embargo, el segundo tiene lugar al momento tras realizar el último escalón (Figura IV.25b).

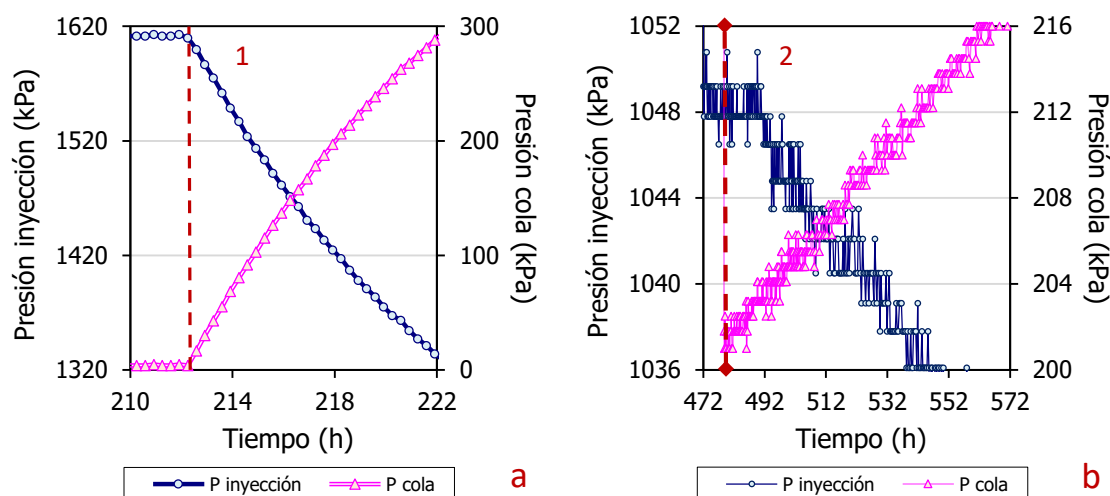


Figura IV.25. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50(2).

Si se amplía el momento previo a que sucedan cada uno de los episodios de *breakthrough*, se observa que en el primer episodio la presión en el depósito de entrada cae unas 20 h antes de que aumente la presión en el depósito de salida, proceso que responde a una entrada de gas en el interior de la bentonita (Figura IV.26a). La fracción de porosidad ocupada por el gas antes del episodio es de $\sim 0,27\%$. Sin embargo, antes del segundo *breakthrough*, las presiones son constantes en el depósito de entrada y salida (Figura IV.26b).

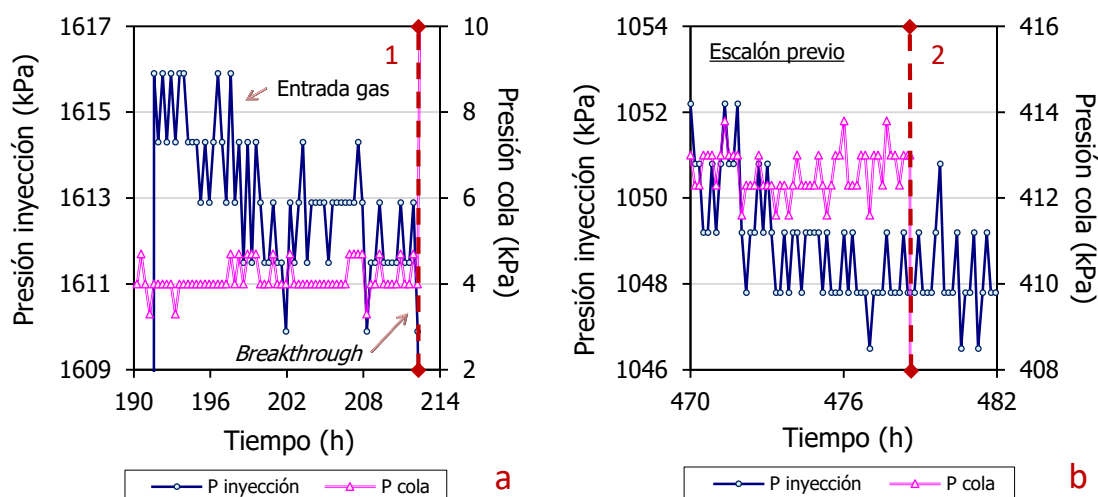


Figura IV.26. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,3_50(2).

Las diferencias de presión registradas al final de cada uno de los ensayos de *breakthrough* muestran la diferencia de presión mínima necesaria para que haya flujo a través de la muestra (Figura IV.27, Tabla IV.11). A pesar de que la presión residual es mayor tras el primer *breakthrough* de la **Fase 2**, el segundo *breakthrough* es más próximo al primero que en los episodios ocurridos en la **Fase 4** con una diferencia de presión entre ambos de 800 kPa. Durante la Fase 4, la presión residual después del primer episodio es inferior, y aun así, es necesario un menor valor de presión para alcanzar el segundo *breakthrough*.

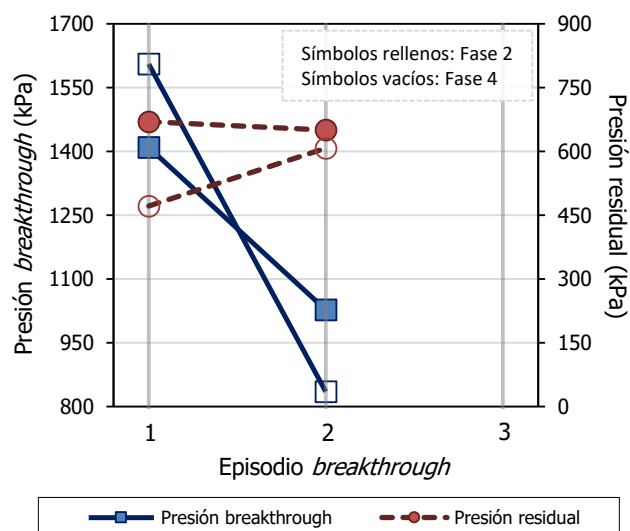


Figura IV.27. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_50(2).

Los primeros valores de *breakthrough* de las Fases 2 y 4 son más elevados que los segundos debido a la debilitación que sufre la muestra tras establecerse un flujo de gas previo. El primer valor de *breakthrough* de la Fase 4 es superior a su correspondiente en la Fase 2 (Figura IV.27, Tabla IV.5).

Tabla IV.5. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_50(2).

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	217	1,01	1400	360	700	$8,6 \cdot 10^{-22}$	1,35	38,3	103
	2	22	--	1000	480	700	$2,8 \cdot 10^{-21}$			
4	1	213	0,27	1600	210	500	$1,1 \cdot 10^{-21}$	1,36	38,5	105
	2	68	--	800	849	600	$1,5 \cdot 10^{-21}$			

(a) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). (b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (c) Mínimo valor.

Las permeabilidades disminuyen conforme cae la diferencia de presión entre ambos depósitos (Figura IV.28). La tendencia es semejante para todos los episodios excepto para el segundo de la Fase 4 que muestra una trayectoria más vertical que acentúa la caída en el valor de permeabilidad efectiva para menores variaciones en la diferencia de presión.

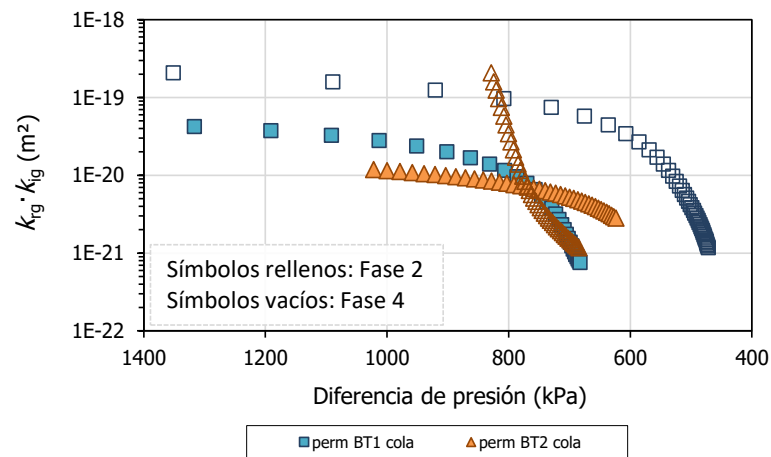


Figura IV.28. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,3_50(2) (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje, se observa que la parte superior de la muestra se encuentra ligeramente menos húmeda y más densa (37,6 %, 1,35 g/cm³) que la parte inferior (39,3 %, 1,32 g/cm³).

IV. 4. Ensayo **BT1,4_38****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	56,71	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,40	Humedad inicial (%)	14,6
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,41 ^(a)	Grado de saturación (%)	43 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	25,4	Fecha de fabricación	20/01/11

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	82	31,0	--	--	0,6	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i>	251	30,9	--	--	5,2	1,6	$4,2 \cdot 10^{-22}$	$9,8 \cdot 10^{-15}$	$1,1 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
2º saturación	113	32,2	1,48	106	0,6	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i>	107	31,4	1,48	102	6,6	3,3	$1,6 \cdot 10^{-19}$	$4,9 \cdot 10^{-12}$	$8,6 \cdot 10^{-13}$
					4,2	3,3	$4,0 \cdot 10^{-23}$	$3,1 \cdot 10^{-15}$	$2,8 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).**Desmontaje**

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm ³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,48	Humedad final (%) ^(b)	31,4±0,4	Por secciones	Superior	31,4	--	--
Peso seco final (g)	79,94	Altura final (cm)	4,78		Media	30,9	--	--
					Inferior	31,8	--	--

^(a) Valor de densidad seca calculado indirectamente tras el 2º ensayo *breakthrough* por falta de comprobación tras el desmontaje.^(b) Valor promedio de las humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 5,00 cm nominal. No se dispone ni de densidad seca inicial comprobada ni tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**).

La **Fase 2** fue un ensayo piloto en el que se fijó un valor inicial de presión en el depósito de entrada de 1300 kPa, muy superior al valor posteriormente establecido como referencia (400 kPa). El primer y único episodio de *breakthrough* de la Fase 2 tiene lugar con un valor de presión de 5200 kPa (Figura IV.29). Tras suceder el *breakthrough*, la permeabilidad efectiva cae en un orden de magnitud y se mantiene estable el resto de ensayo en torno a un valor de $4,2 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$. Los valores de permeabilidad al gas presentan la misma tendencia y los valores más bajos calculados presenta un orden de magnitud de 10^{-15} m/s .

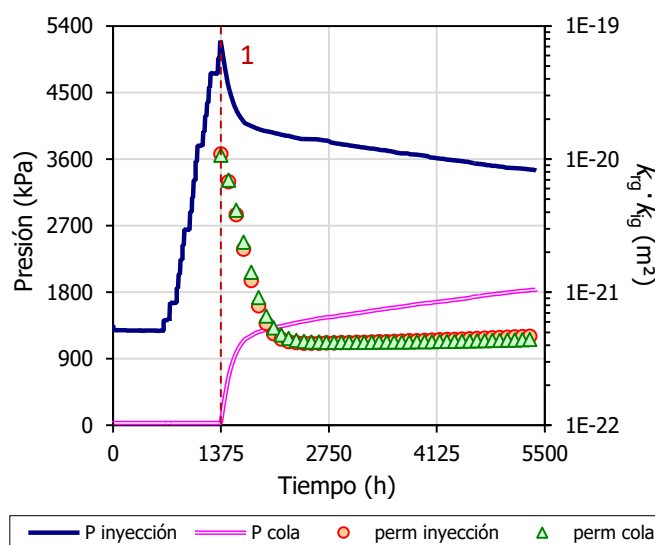


Figura IV.29. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,4_38.

En el último escalón realizado antes del *breakthrough*, la presión en el depósito de entrada comienza a disminuir mientras que la presión en el depósito de salida se mantiene constante hasta transcurrida aproximadamente una hora, a partir de la cual comienza a aumentar dicha presión (Figura IV.30a). Dicho desfase temporal entre la caída y el aumento de presión muestra que antes de tener lugar el episodio de *breakthrough* se ha acumulado gas inyectado en el interior de la bentonita.

Al ampliar el episodio de *breakthrough*, se muestra que, una vez establecido el flujo de gas a través de la muestra, este tiene lugar de manera simétrica y gradual en ambos depósitos (Figura IV.30b).

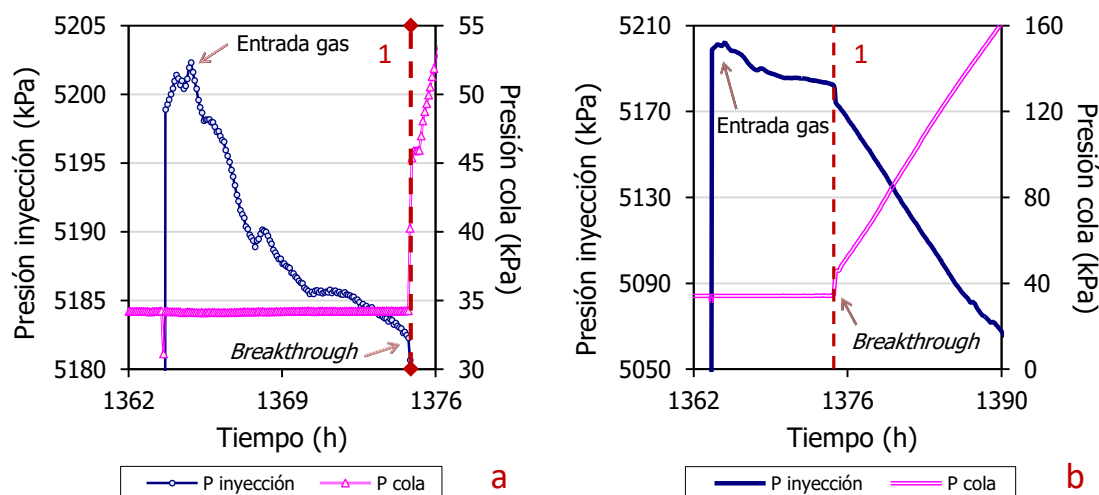


Figura IV.30. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,4_38. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

Al ver en detalle los escalones previos realizados se registra una entrada de gas en varios de ellos (Figura IV.31a), siendo el más abrupto el escalón previo al *breakthrough* (Figura IV.31b). La fracción de porosidad ocupada por gas antes de que suceda el episodio es de ~2,83 %.

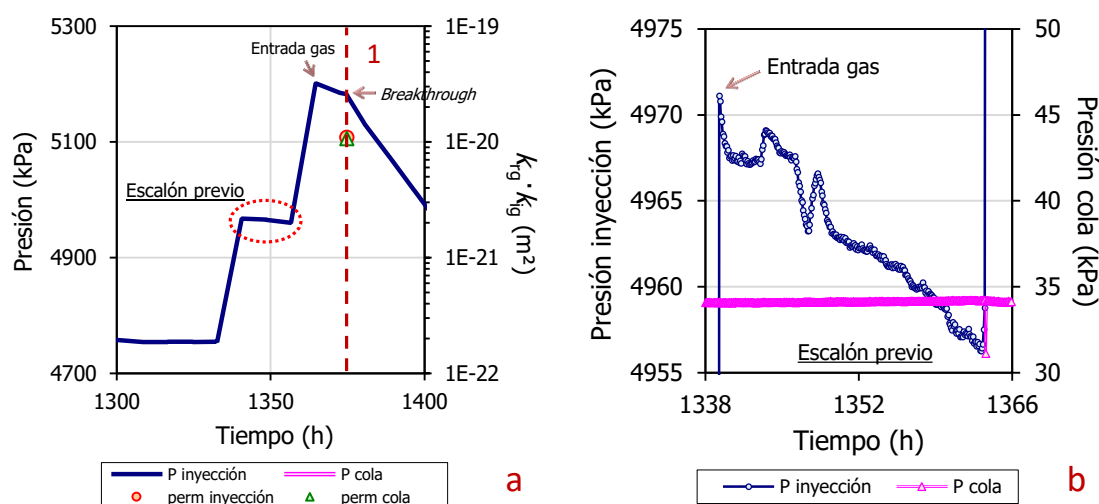


Figura IV.31. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del escalón previo al episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,4_38.

Durante la **Fase 4** se registran dos episodios de *breakthrough* (Figura IV.32). Al ampliar el primer episodio de *breakthrough*, que sucede a una presión de 6600 kPa, se observa que no tiene lugar de manera instantánea y que es posible el cálculo de permeabilidades con valores de $1,6 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ y entre $4,9 \cdot 10^{-12}$ y $8,6 \cdot 10^{-13} \text{ m/s}$ para la permeabilidad efectiva y al gas, respectivamente (Figura IV.33). El segundo episodio sucede a una presión inferior, de 4200 kPa, y las permeabilidades obtenidas son también inferiores, de $4,0 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$ y entre $2,8 \cdot 10^{-15}$ y $3,1 \cdot 10^{-16} \text{ m/s}$. En este caso, conforme avanza el ensayo, las permeabilidades intrínsecas calculadas en ambos depósitos se van haciendo distintas.

Al final de la Fase 4 se registran oscilaciones en los valores de presión debido a fallos de climatización de la sala donde se llevan a cabo los ensayos. Estas oscilaciones han sido eliminadas para el cálculo de las permeabilidades.

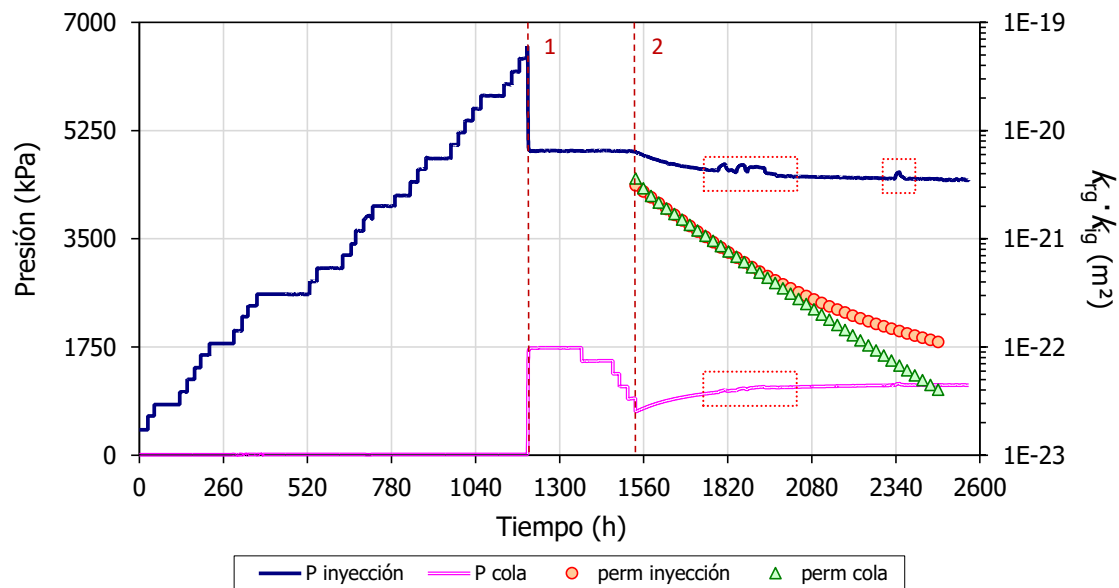


Figura IV.32. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,4_38.

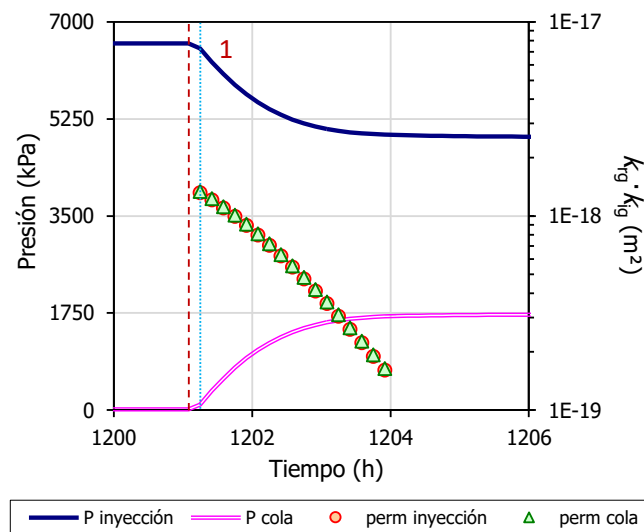


Figura IV.33. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del primer episodio de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,4_38.

Tras el primer episodio, el cambio en la presión del depósito de entrada y salida sucede de manera simétrica y gradual. La tasa de flujo de gas inicial es de 9 kPa/min y pasa a aumentar a 25 kPa/min transcurridos los primeros 10 min (Figura IV.34a). En el segundo episodio, el paso de gas es simétrico también aunque en este *breakthrough* la tasa de flujo de gas registrada es menor (Figura IV.34b).

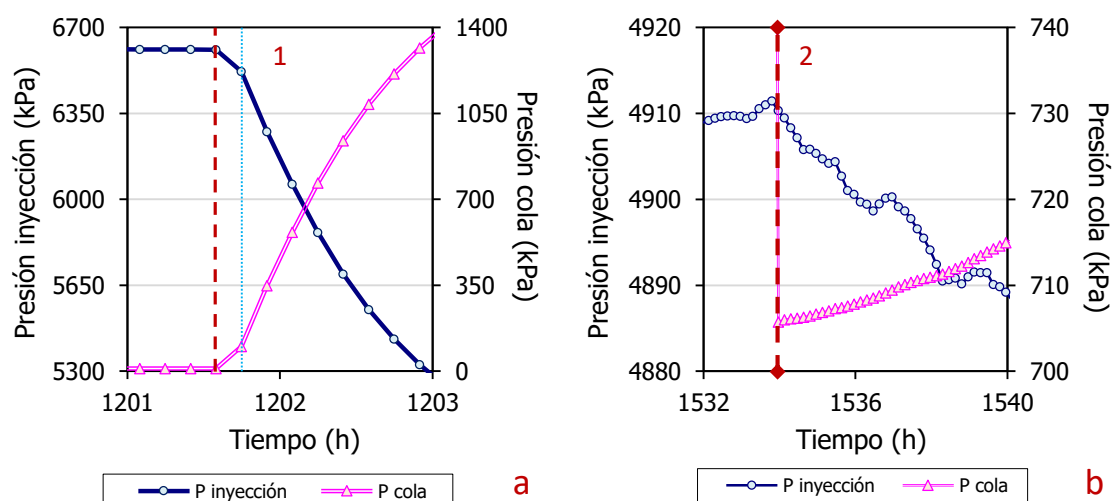


Figura IV.34. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,4_38.

Al ampliar el momento previo a los episodios se observa que, en el primero de ellos, se produce una entrada de gas a la muestra durante las 2 h previas al *breakthrough* ocupando un volumen de poros de $\sim 0,37\%$ con respecto a la porosidad total de la muestra (Figura IV.35a). En los escalones previos se intuye un paso de gas difícil de calcular porque vienen enmascarados por las oscilaciones térmicas del laboratorio producidas durante el periodo estival. El segundo episodio sucede en el momento en el que se realiza el último escalón porque ya se estaba produciendo cierto flujo de gas a través de la muestra (Figura IV.35b).

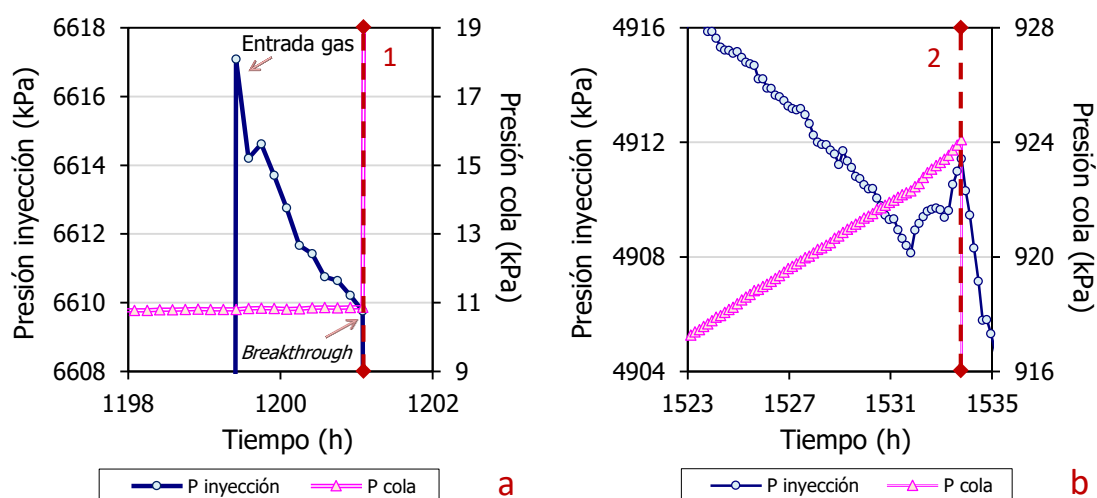


Figura IV.35. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,4_38.

El primer episodio es superior al segundo en una misma fase, pero tras la resaturación, el primer valor de *breakthrough* es superior a su correspondiente en la **Fase 2** (Figura IV.36, Tabla IV.6). Las presiones residuales registradas en la **Fase 4** son superiores a la de la Fase 2 a pesar de que las presiones de *breakthrough* entre el primer episodio de la Fase 2 y el segundo de la Fase 4 son semejantes.

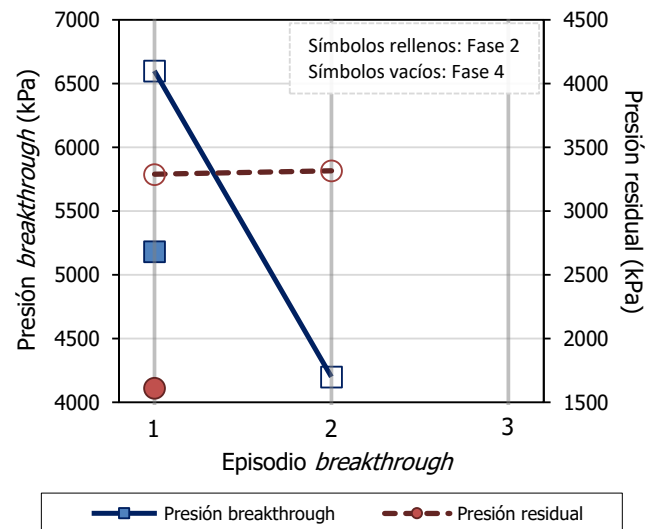


Figura IV.36. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_38.

Tabla IV.6. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(b) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(c) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(d) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2 ^(a)	1	1373	2,83	4014	184	1600	$4,2 \cdot 10^{-22}$	--	30,9	--
4	1	1201	0,37	6600	3	3300	$1,6 \cdot 10^{-19}$	1,48	31,4	102
	2	166	--	4200	936	3300	$4,0 \cdot 10^{-23}$			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al breakthrough (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas.

(d) Mínimo valor.

La tendencia más común observada es la disminución de la permeabilidad conforme la diferencia de presión cae. Sin embargo, la permeabilidad del primer episodio de la Fase 2 se mantiene constante conforme disminuye la diferencia de presión (Figura IV.37). Dicho comportamiento podría implicar una estabilidad de las trayectorias de flujo de gas establecidas. Con respecto a los episodios sucedidos en la Fase 4, se muestra que en el primer episodio la permeabilidad disminuye de una manera más suave que en el segundo, además de ser dos órdenes de magnitud mayor (Tabla IV.6).

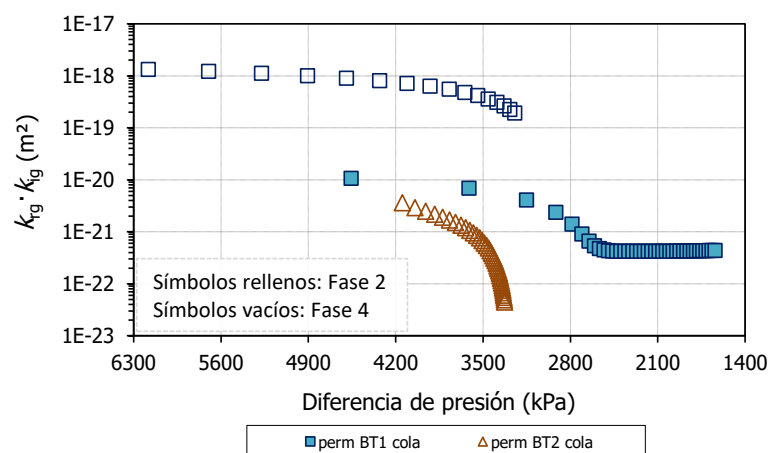


Figura IV.37. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_38 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje, la densidad seca final de la muestra es de 1,48 g/cm y la humedad es ligeramente inferior en la sección superior de la muestra (31,4 %) que en la inferior (31,8 %) debido a su contacto con el gas nitrógeno seco.

IV. 5. Ensayo **BT1,4_38_h2****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	2,03
Volumen molde (cm ³)	22,98	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,40	Humedad inicial (%)	14,8
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,38	Grado de saturación (%)	42
Presión de compactación (MPa)	7,0	Fecha de fabricación	19/06/13

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	209	35,5	1,44	110	0,6	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i>	82	33,1	1,39	95	2,8	0,1	--	--	--
					2,4	1,3	$7,9 \cdot 10^{-23}$	$9,7 \cdot 10^{-16}$	$2,4 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	307	33,4	1,40	98	0,6	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i> ^(a)	48	32,8	1,41	97	3,2	0,0	--	--	--
					2,8	0,0	--	--	--
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,40±0,05	Humedad final (%) ^(b)	32,8±0,5	Por secciones	Superior	32,4	1,44	100
Peso seco final (g)	31,68	Altura final (cm)	1,96		Media	--	--	--
					Inferior	33,3	1,37	92

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,38 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 2,03 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 209 días, la densidad seca pasa a ser de $1,44 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 35,5 %.

El primer episodio de *breakthrough* de la **Fase 2** (Figura IV.38) tiene lugar a una presión de 2800 kPa y sucede de manera instantánea. El segundo episodio sucede a una presión de 2400 kPa y la permeabilidad disminuye varios órdenes de magnitud conforme avanza el ensayo hasta un valor de $7,9 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$. La permeabilidad al gas presenta una tendencia semejante, con valores en torno a un orden de magnitud de 10^{-16} m/s .

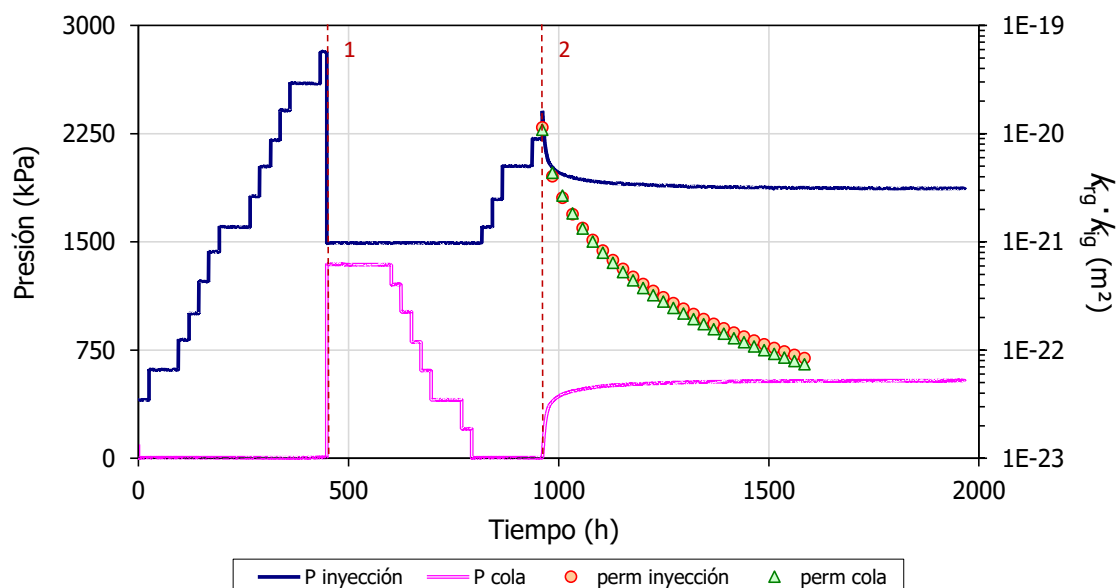


Figura IV.38. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,4_38_h2.

El paso de gas a través de la muestra para el primer episodio de *breakthrough* sucede de manera instantánea y se completa en menos de 10 min (Figura IV.39a) y, en el segundo episodio, se produce de manera más lenta y gradual (Figura IV.39b).

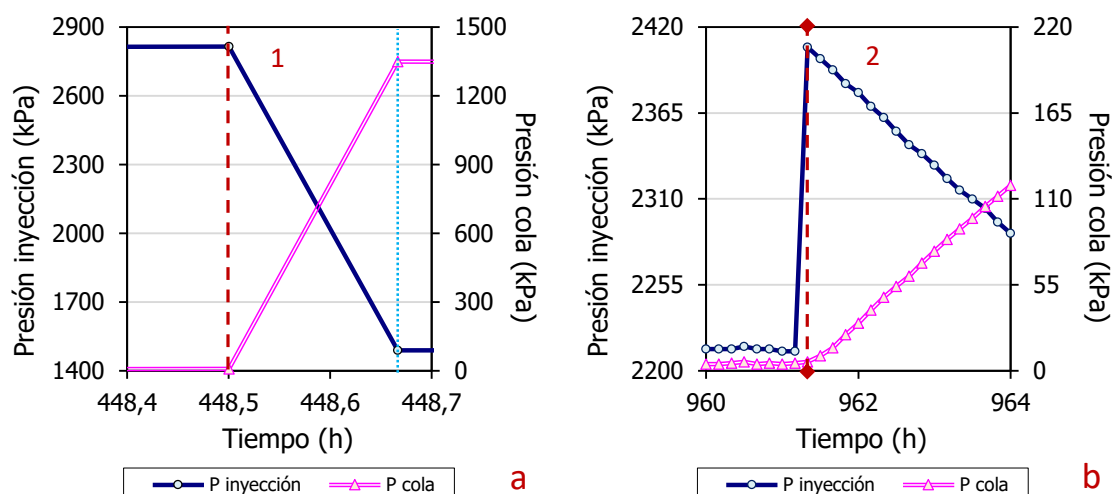


Figura IV.39. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,4_38_h2.

En estos dos episodios, al ampliar el escalón previo al *breakthrough*, se observa que no ha habido una entrada de gas previa a la muestra en ninguno de ellos. El primero de ellos tiene lugar a las 16 h aproximadamente de realizar el último escalón (Figura IV.40a), y el segundo sucede en el momento en el que se realiza el último escalón a pesar de que no había un flujo de gas en el escalón (Figura IV.40b). Las oscilaciones registradas en los valores de presión se deben a los cambios térmicos del laboratorio.

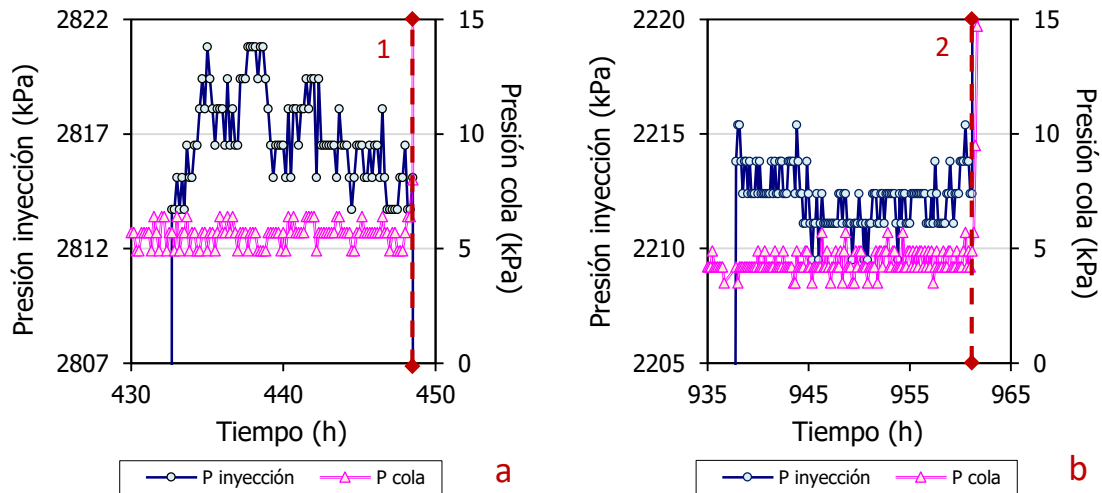


Figura IV.40. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo BT1,4_38_h2.

En la **Fase 4** (Figura IV.41) ambos episodios de *breakthrough*, de 3200 kPa el primero y 2800 kPa el segundo, suceden de manera instantánea, el paso de gas tiene lugar en menos de 10 min, que es el rango de tiempo establecido para la toma de datos (Figura IV.42a,b).

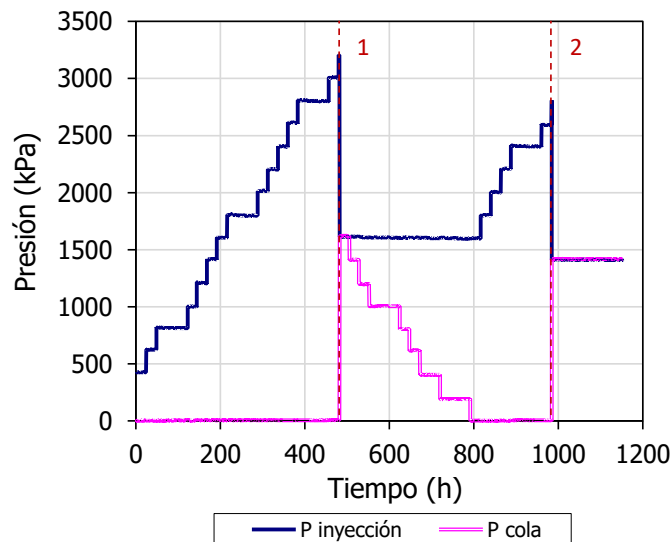


Figura IV.41. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 4 del ensayo BT1,4_38_h2.

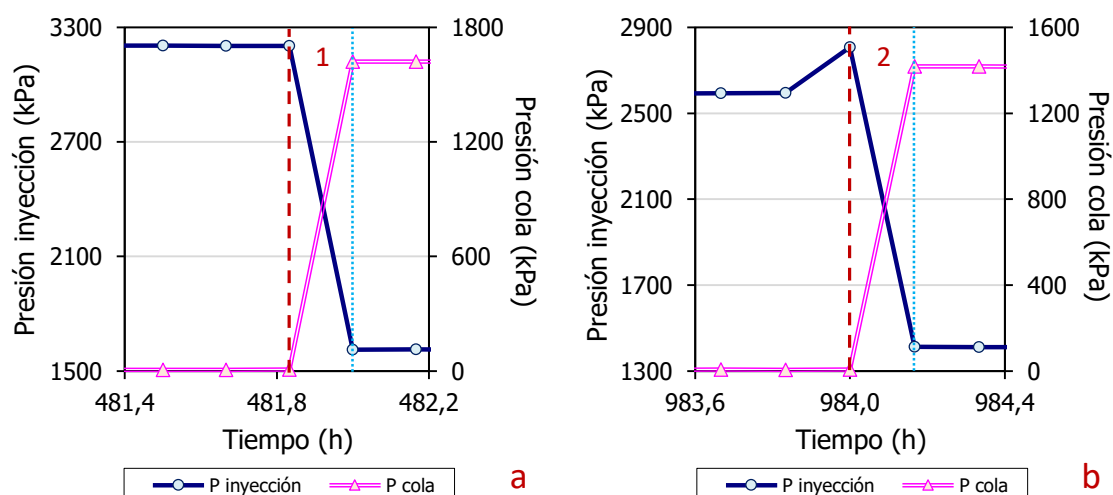


Figura IV.42. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,4_38_h2.

Al ampliar el momento previo a los episodios, el primero de ellos sucede a las 2 h de realizar el último escalón (Figura IV.43a) y el segundo tiene lugar en el momento tras el aumento de la presión en el depósito de entrada (Figura IV.43b). En dos de los escalones previos al segundo episodio de *breakthrough* se registra una entrada de gas en el interior de la muestra pasando a ocupar un volumen de poros de $\sim 5,37\%$ con respecto a la porosidad total de la muestra.

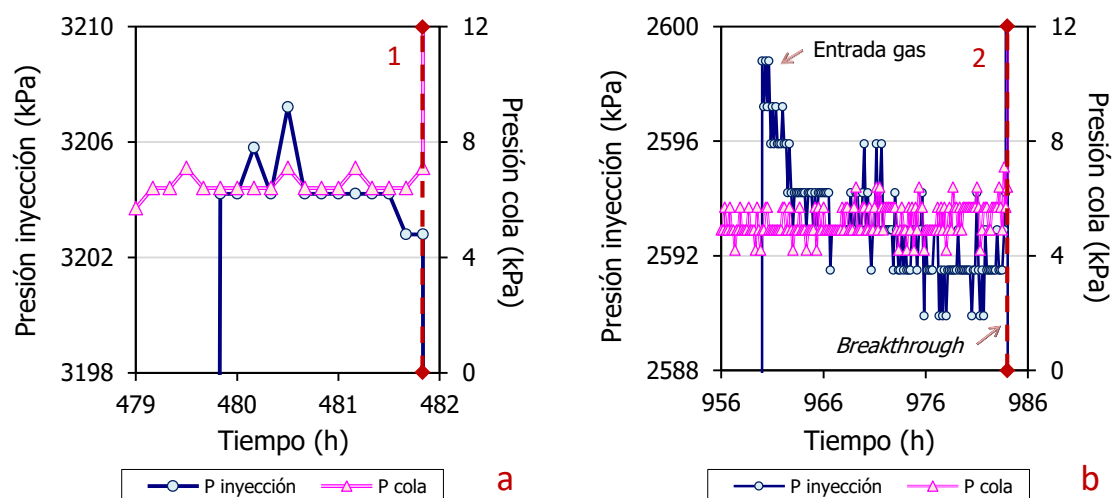


Figura IV.43. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,4_38_h2.

La presión residual es prácticamente igual a 0 kPa en el primer episodio de la **Fase 2** y los dos de la **Fase 4**, a excepción del segundo *breakthrough* de la Fase 2 en el que se establece una diferencia de presión de 1300 kPa entre ambos depósitos tras el cese del flujo de gas (Figura IV.44, Tabla IV.7). Aunque la presión residual alcanzada sea igual a 0, las trayectorias de gas establecidas durante el flujo de gas no permanecen abiertas tras el cese, ya que los siguientes episodios de *breakthrough* tienen lugar a presiones elevadas. Los primeros episodios de *breakthrough* son superiores en ambas fases, y el primero de la Fase 4 es superior al de la Fase 2.

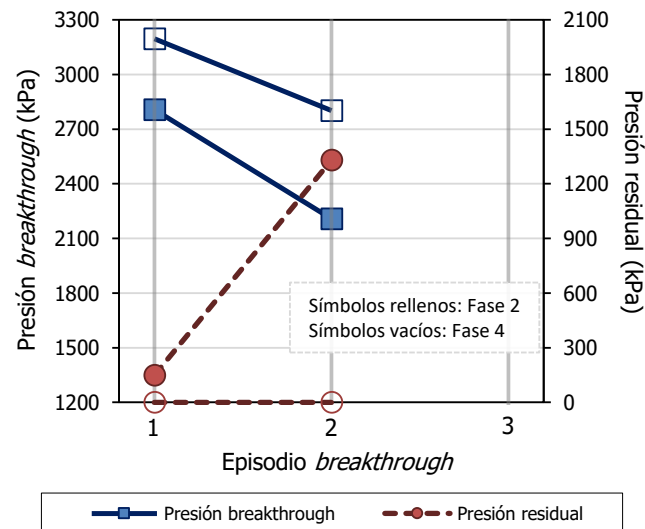


Figura IV.44. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_38_h2.

Tabla IV.7. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_38_h2.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	449	--	2800	<1	10	--	1,39	33,1	95
	2	359	--	2400	642	130	$7,9 \cdot 10^{-23}$			
4	1	482	--	3200	<1	0	--	1,41	32,8	97
	2	479	5,37	2800	<1	0	--			

^(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

Tras el desmontaje la humedad de la sección superior es ligeramente inferior (32,4 %) y más densa (1,44 g/cm³) que en la parte inferior (33,3 %, 1,37 g/cm³) a causa del contacto con el gas.

IV. 6. Ensayo **BT1,4_50****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	98,17	Sección (cm ²)	19,63
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,50	Humedad inicial (%)	14,7
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,50 ^(a)	Grado de saturación (%)	49 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	14,7	Fecha de fabricación	24/01/11

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	79	35,2	--	--	0,6	--	--	--	--
Gas breakthrough	64	35,0	--	--	1,0	0,0	$4,7 \cdot 10^{-20}$	$2,7 \cdot 10^{-13}$	$7,3 \cdot 10^{-14}$
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
2º saturación	54	37,1	--	--	0,8-1,0	--	--	--	--
2º gas breakthrough	132	35,9	1,37	100	2,9	0,9	$6,0 \cdot 10^{-22}$	$7,9 \cdot 10^{-15}$	$3,5 \cdot 10^{-15}$
					1,5	1,1	$5,8 \cdot 10^{-22}$	$5,8 \cdot 10^{-15}$	$2,4 \cdot 10^{-15}$
					1,6	1,2	$1,6 \cdot 10^{-21}$	$1,5 \cdot 10^{-14}$	$2,7 \cdot 10^{-15}$

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).**Desmontaje**

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,36±0,02	Humedad final (%) ^(b)	35,9±0,5	Por secciones	Superior	36,2	1,34	96
Peso seco final (g)	146,89	Altura final (cm)	5,45		Media	35,4	1,37	98
					Inferior	36,1	1,37	100

^(a), ^(b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) ensayada en celda de 50 mm de diámetro y una altura inicial de 5,00 cm nominal. No se dispone ni de densidad seca inicial comprobada ni tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**).

El primer y único episodio de *breakthrough* de la **Fase 2** es de 1000 kPa y tiene lugar a las 25 h de iniciar el ensayo (Figura IV.45), probablemente debido a la elevada presión de inyección inicial establecida (1000 kPa). El ensayo BT1,4_50 fue un ensayo piloto antes de establecer el protocolo final. En este caso, la permeabilidad presenta un comportamiento inusual, comienza disminuyendo tras el *breakthrough*, y transcurridas 500 h aproximadamente, experimenta un aumento. El valor de permeabilidad efectiva inferior registrado es de $4,7 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$, y las permeabilidades al gas, diferentes para el depósito de entrada y salida, son de $2,7 \cdot 10^{-13}$ y $7,3 \cdot 10^{-14} \text{ m/s}$.

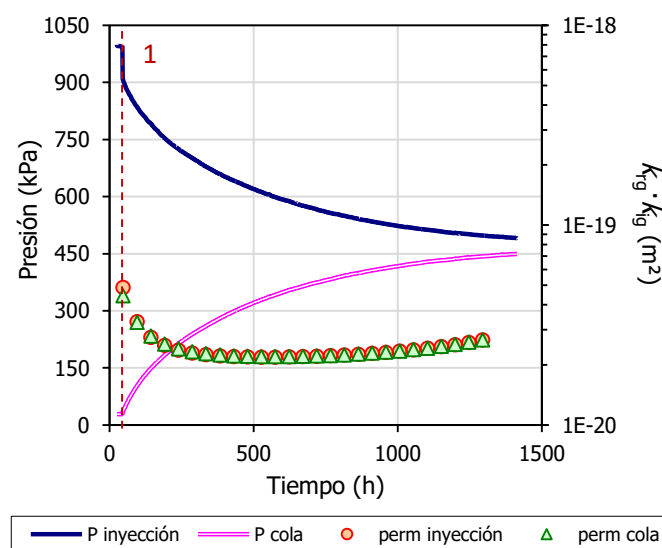


Figura IV.45. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,4_50.

Al ampliar el momento previo al *breakthrough* se observa una caída en la presión del depósito de entrada durante 20 h antes de que se establezca el flujo de gas a través de la muestra. La fracción de porosidad ocupada por gas antes del episodio es de $\sim 1,14 \%$ (Figura IV.46a). A partir del momento en que tiene lugar el paso de gas (Figura IV.46b) la presión del depósito de entrada cae bruscamente aproximadamente 10 kPa/min y, sin embargo, la presión del depósito de salida aumenta 0,8 kPa/min. A partir de ese salto brusco, la tasa de flujo de gas se hace menor y gradual.

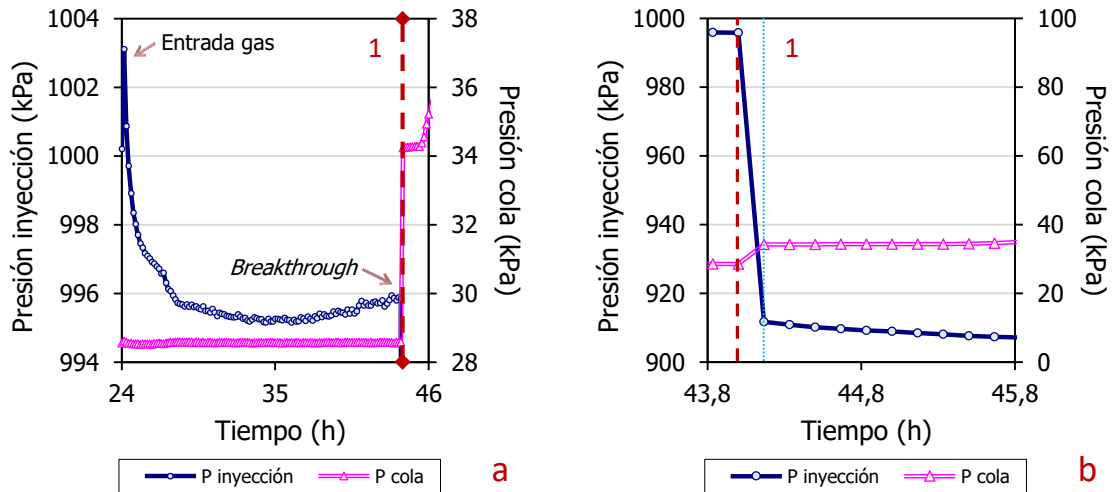


Figura IV.46. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough de Fase 2 del ensayo BT1,4_50. a) Escalón previo, b) momento posterior al breakthrough.

La **Fase 4** se inicia, como en la Fase 2, con una presión de 1000 kPa en el depósito de entrada (Figura IV.47). En este caso es necesario alcanzar una presión de 2900 kPa para que suceda el *breakthrough* mediante el aumento de la presión de entrada en escalones progresivos de 200 kPa. El segundo y tercer episodio alcanzan presiones de *breakthrough* de 1500 y 1600 kPa, respectivamente, y suceden tras comenzar a disminuir la presión en el depósito de salida en 500 kPa (muestra piloto inicial), dando a entender: (1) que las trayectorias de paso de gas establecidas se encuentran abiertas reactivándose al mínimo cambio en la diferencia de presión o, (2) que el salto en la presión en el depósito de salida es demasiado elevado.

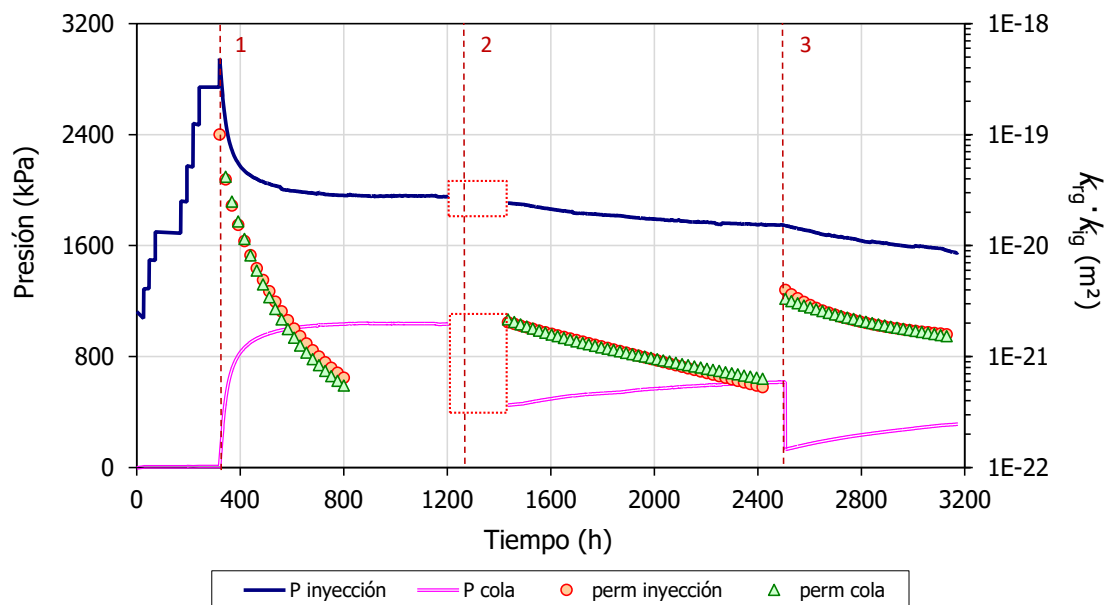


Figura IV.47. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,4_50.

La permeabilidad efectiva del primer episodio disminuye dos órdenes de magnitud desde el inicio del *breakthrough* hasta la estabilización de los depósitos con un valor final de $6,0 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$. En los siguientes episodios, la permeabilidad se mantiene más constante, con valores

de $5,8 \cdot 10^{-22}$ y $1,6 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$, para el segundo y tercer episodio de *breakthrough*, respectivamente. Los valores de permeabilidad al gas muestran tendencias semejantes a la permeabilidad efectiva con valores próximos a un orden de magnitud de 10^{-15} m/s . Durante el inicio del segundo episodio de *breakthrough* se produjo un problema con el sistema de toma de datos y se dejaron de registrar valores de presión de manera continua durante un corto periodo de tiempo (Figura IV.47, rectángulos).

Antes de que se establezca el flujo de gas en el primer episodio, la presión en el depósito de entrada cae ligeramente (Figura IV.48a). Al analizar los escalones previos de dicho episodio se observa que en prácticamente todos ha habido inyección de gas con un volumen total de $\sim 4,14 \%$ con respecto al volumen de porosidad total de la muestra. El segundo no queda registrado por el problema anteriormente comentado, y en el tercer episodio, el paso de gas se establece en el momento en el que se realiza el escalón de bajada debido al cambio brusco de presión (Figura IV.48b). Tras el escalón, las presiones de entrada y salida experimentan un aumento a causa de un cambio térmico sucedido en el laboratorio, que pasa a disminuir tras establecerse un flujo de gas a través de la muestra.

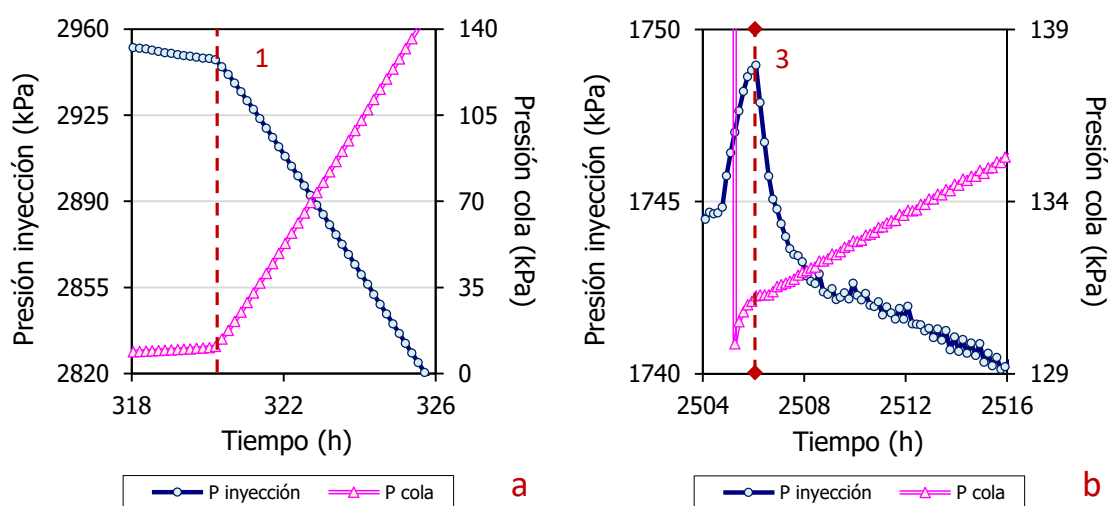


Figura IV.48. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del primer y tercer episodio de *breakthrough* de Fase 4 del ensayo BT1,4_50.

El único episodio de *breakthrough* de la **Fase 2** finaliza con una presión residual prácticamente igual a 0 (Figura IV.49, Tabla IV.8). Como no se realiza un segundo episodio no es posible discernir si los caminos establecidos para el paso de gas permanecen o no abiertos. En la **Fase 4**, las presiones residuales van aumentando progresivamente conforme suceden los episodios de *breakthrough*.

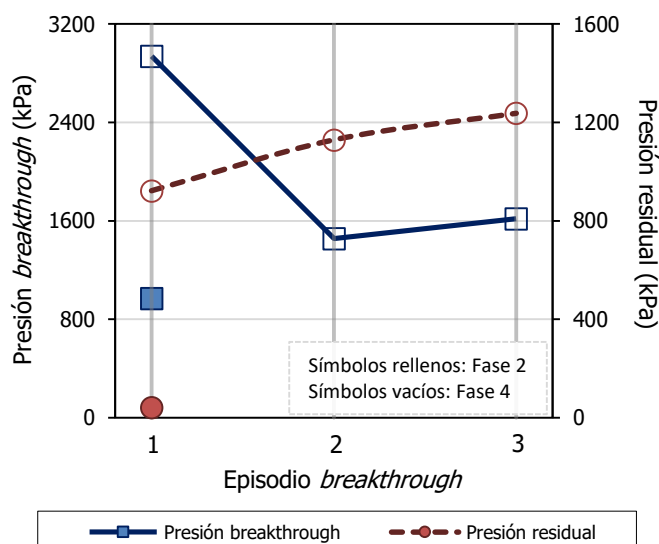


Figura IV.49. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_50.

Tabla IV.8. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_50.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(b) (h)	n _{gas} /n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(c) (h)	Presión residual (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^(d) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2 (a)	1	25	1,14	1000	1388	0	4,7·10 ⁻²⁰	--	35,0	--
4 (a)	1	320	4,14	2900	480	900	6,0·10 ⁻²²	1,37	35,9	100
	2	--	--	1500	1070	1100	5,8·10 ⁻²²			
	3	1	--	1600	667	1200	1,6·10 ⁻²¹			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al breakthrough (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (d) Mínimo valor.

Generalmente, la permeabilidad efectiva disminuye conforme cae la diferencia de presión entre los dos depósitos, como puede observarse en los tres episodios de la Fase 4 (Figura IV.50). Sin embargo, en el único episodio sucedido durante la Fase 2, los valores de permeabilidad permanecen prácticamente constantes e incluso se hacen ligeramente superiores al final. En la Fase 4, el primer episodio registra permeabilidades más altas ($1,6 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$) que en el resto de episodios ($2,0 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$) a semejantes valores de diferencia de presión (1340 kPa).

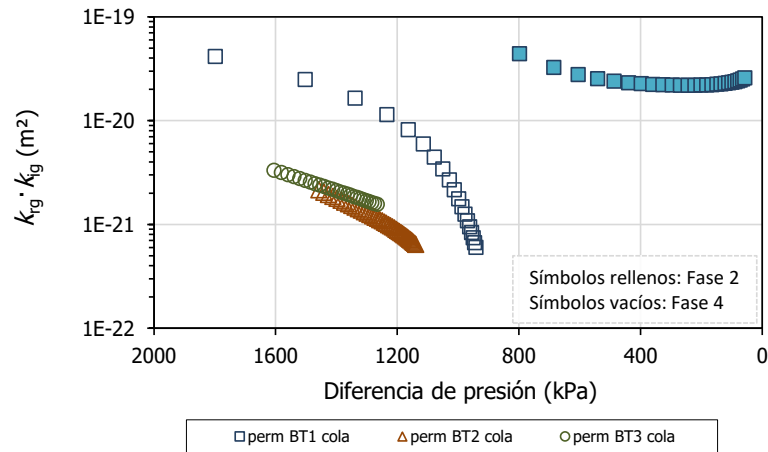


Figura IV.50. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,4_50 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje no se observa una gradación significativa en la humedad analizada en las tres secciones de la muestra, siendo ligeramente más humedad la superior (36,2 %), pasando a disminuir en la sección media (35,4 %) y volviendo a aumentar en la inferior (36,1 %). La sección menos densa es la superior ($1,34 \text{ g/cm}^3$) con respecto a la media e inferior ($1,37 \text{ g/cm}^3$).

IV. 7. Ensayo **BT1,5_38****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	56,71	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,50	Humedad inicial (%)	13,6
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,52 ^(a)	Grado de saturación (%)	48 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	38,1	Fecha de fabricación	20/01/11

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	174	27,9	--	--	0,6-1,0	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	200	27,3	--	--	9,1	4,5	--	--	--
					9,3	7,3	$1,3 \cdot 10^{-23}$	$6,7 \cdot 10^{-16}$	$8,4 \cdot 10^{-17}$
					8,2	7,2	$3,8 \cdot 10^{-22}$	$2,0 \cdot 10^{-14}$	$1,3 \cdot 10^{-15}$
2º saturación	100	29,2	1,54	105	1,0	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i> ^(a)	172	28,8	1,53	102	7,0	3,9	--	--	--
					7,0	4,4	--	--	--
					6,7	4,7	$3,0 \cdot 10^{-23}$	$1,2 \cdot 10^{-15}$	$1,7 \cdot 10^{-16}$

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).**Desmontaje**

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm ³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,50±0,02	Humedad final (%) ^(b)	28,8±0,5	Por secciones	Superior	28,8	1,50	98
Peso seco final (g)	86,37	Altura final (cm)	5,01		Media	28,2	1,52	98
					Inferior	29,3	1,48	96

^(a), ^(b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 5,00 cm nominal. No se dispone ni de densidad seca inicial comprobada ni tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**).

La **Fase 2** del ensayo BT1,5_38 fue piloto y, por ello, se fijó una presión inicial en el depósito de entrada de 900 kPa. Durante dicha fase se obtienen tres valores de presión de *breakthrough*, de principio a fin, 9100, 9300 y 8200 kPa. En este caso, a diferencia del comportamiento visto hasta ahora, el segundo valor de *breakthrough* es ligeramente superior al primero, probablemente a causa de la rápida velocidad a la que se estabilizan los depósitos en el primer episodio (Figura IV.51). Parece que esa instantaneidad en el paso de gas hace que la bentonita mantenga intactas sus propiedades. El flujo de gas a través de la muestra disminuye gradualmente en los episodios 2 y 3. Los menores valores de permeabilidad efectiva calculados en el segundo y tercer episodio de *breakthrough* son de $1,3 \cdot 10^{-23}$ y $3,8 \cdot 10^{-22}$ m², respectivamente. Los valores de permeabilidad al gas se encuentran entre $8,4 \cdot 10^{-17}$ y $2,0 \cdot 10^{-14}$ m/s. Tras el tercer episodio de *breakthrough* el depósito de entrada sufre oscilaciones en los valores de presión debido a causas externas al ensayo y por ello, no se incluyen en el ajuste ni cálculo de las permeabilidades.

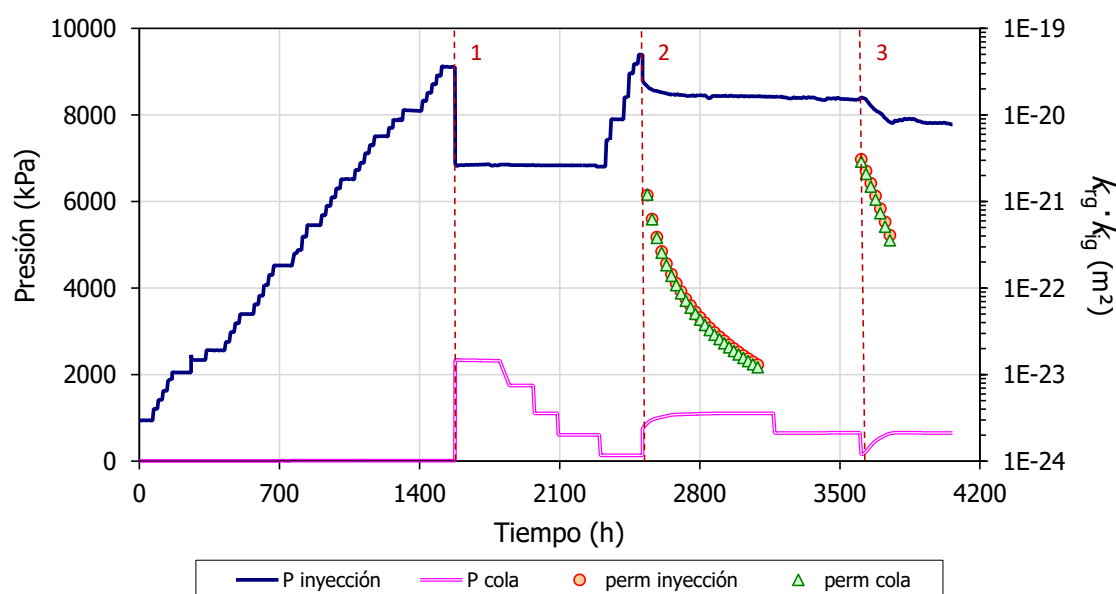


Figura IV.51. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,5_38.

Al ampliar el momento posterior a los episodios de *breakthrough* se observa que en todos ellos existe una excelente simetría entre las presiones del depósito de entrada y salida. En el primer y segundo episodio, se registra un cambio en la tasa de flujo de gas significativo transcurridos los primeros 20-40 min, respectivamente. La tasa de flujo inicial es de aproximadamente 181 y 60 kPa/min en el primer tramo (Figura IV.52a,b, delimitado por líneas de rayas y puntos), y una tasa final de 26 y 3 kPa/min, para el primero y segundo, respectivamente. Tras suceder el tercer episodio, el flujo de gas es prácticamente 0, y transcurrida aproximadamente 1 h, se produce un aumento significativo en la tasa de flujo de gas (Figura IV.52c).

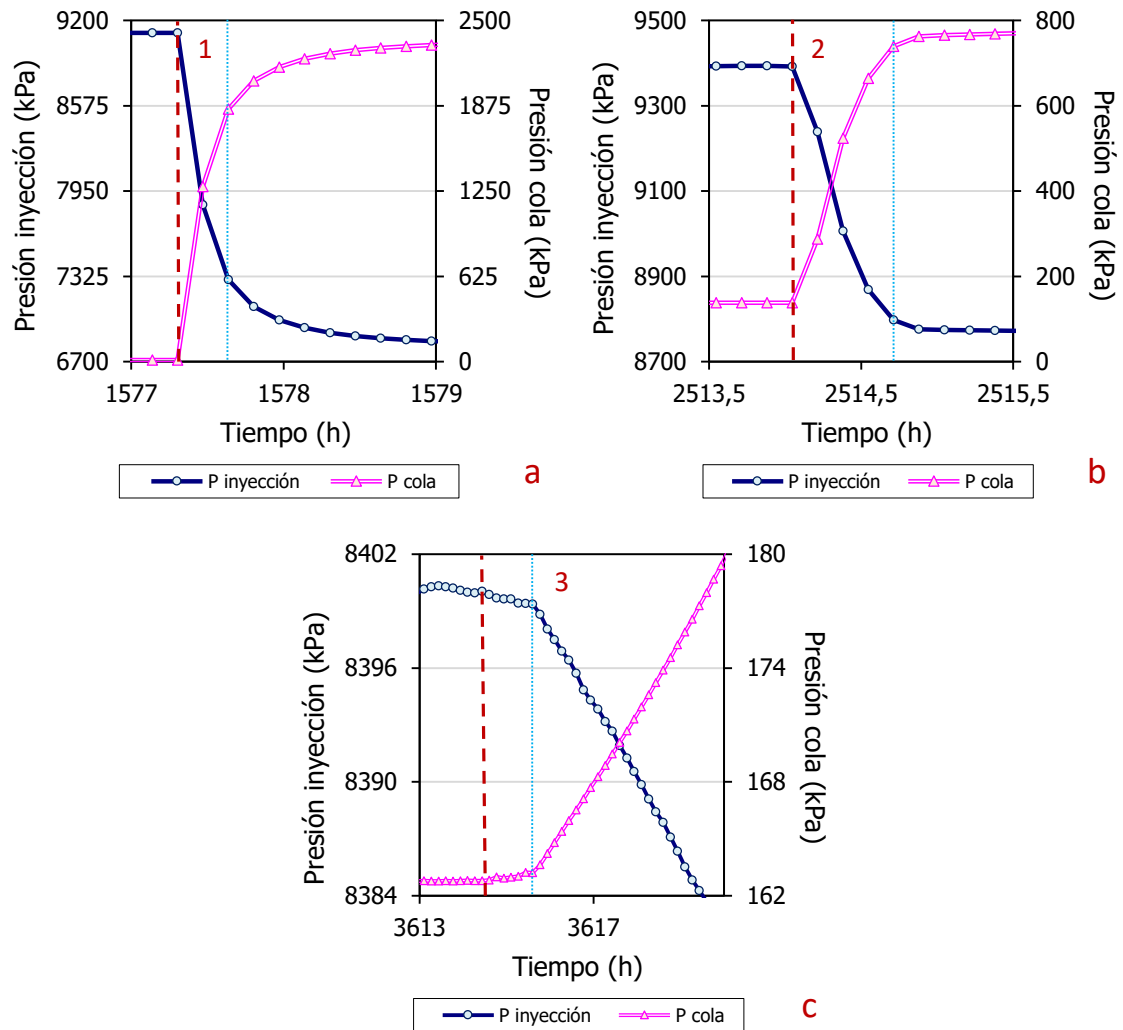


Figura IV.52. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los tres episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,5_38.

Si se amplía el último escalón de cada uno de los episodios, se observa que todos ellos suceden a las horas de haberlo realizado. En los dos primeros episodios se registra una entrada de gas previa al *breakthrough* (Figura IV.53a,b). En el primero de ellos, a la caída de presión se le superponen las oscilaciones térmicas diarias del laboratorio. En total, la fracción de porosidad ocupada por gas antes del primer y segundo *breakthrough* es de ~4,61 y 2,58 %, respectivamente. En el último escalón realizado en el tercer episodio (Figura IV.53c) se registran oscilaciones debidas a cambios en las condiciones térmicas.

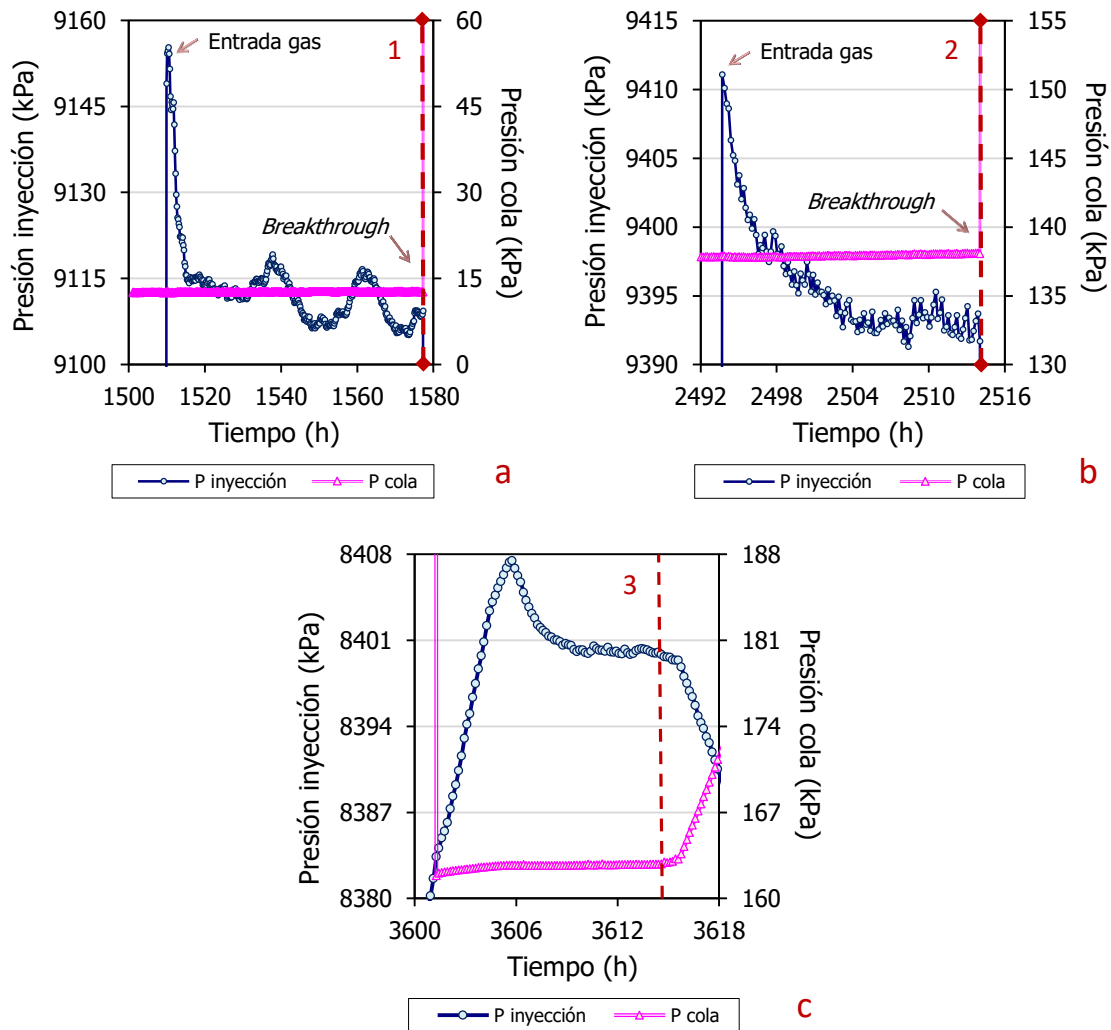


Figura IV.53. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,5_38.

En la Figura IV.54 se muestra la evolución en las presiones de los depósitos de entrada y salida durante la **Fase 4**. En la parte inicial del ensayo (señalado en el gráfico mediante círculos) se registran cambios en la presión del depósito de entrada a consecuencia de las oscilaciones térmicas producidas en el laboratorio por un fallo en la climatización. El primer y segundo *breakthrough* tienen lugar a una presión de 7000 kPa y el flujo de gas en ambos se estabiliza en menos de media hora por lo que no es posible calcular permeabilidades. En el tercer episodio de *breakthrough*, con un valor de 6700 kPa, la estabilización del flujo entre ambos depósitos se produce de manera gradual hasta valores de $3,0 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$. Los valores de permeabilidad al gas menores calculados son del orden de 10^{-16} m/s .

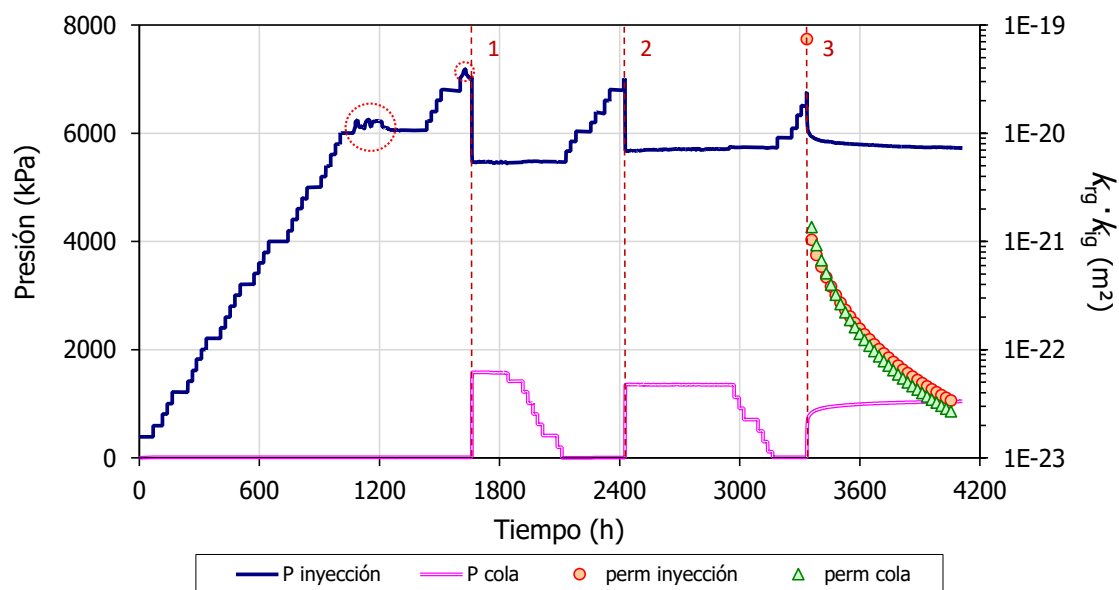


Figura IV.54. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,5_38.

Si se amplían los tres episodios de *breakthrough* para examinarlos en detalle se observa que cada uno de ellos responde a un patrón distinto. Aunque los dos primeros se consideren instantáneos (Figura IV.55a,b), no muestran el mismo comportamiento con respecto a la tasa de flujo de gas. En el primero de ellos, todo el flujo de gas sucede prácticamente en los primeros 10 min, con una tasa inicial de 141 kPa/min. A continuación, son necesarios 20 min para su estabilización total durante los cuales el descenso de presión se produce a un ritmo de ~ 10 kPa/min. En el caso del segundo episodio instantáneo, durante los primeros 20 min se produce el principal transporte de gas, con una tasa de flujo de gas de 106 kPa/min y transcurrido ese tiempo, la tasa de flujo cae hasta 25 kPa/min y se estabiliza completamente a la hora y cuarto. En el caso del último episodio de *breakthrough* (Figura IV.55c), el flujo de gas se produce de manera gradual aunque también muestra un cambio en la tasa de flujo de gas entre los primeros 10 min (3 kPa/min) en adelante (25 kPa/min). Los tres episodios de *breakthrough* suceden a las horas de realizar el último escalón, y no se detecta entrada de gas previa en ninguno de ellos.

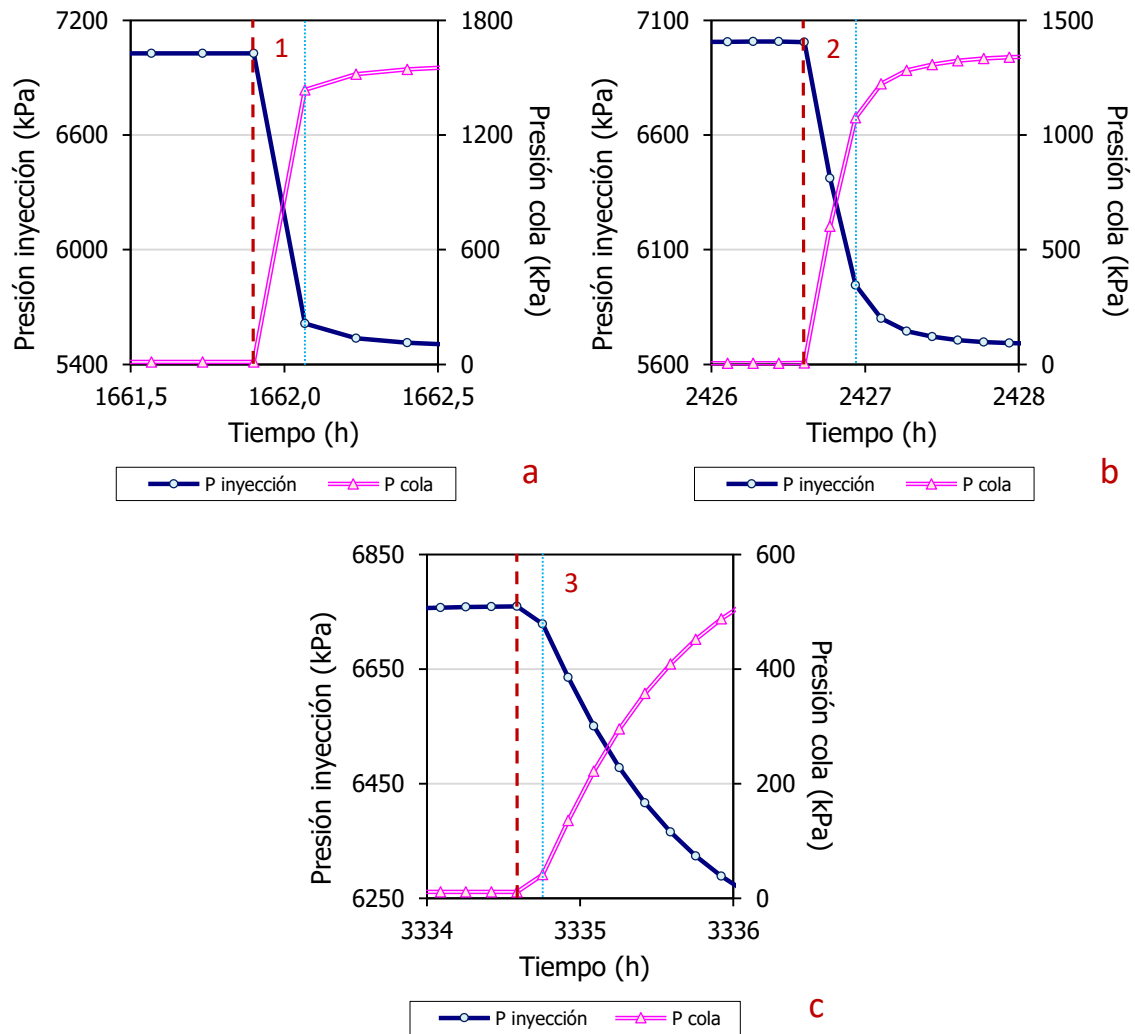


Figura IV.55. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los tres episodios de *breakthrough* en la Fase 4 del ensayo BT1,5_38.

Las presiones residuales registradas durante la **Fase 2** y **4** aumentan progresivamente conforme suceden los episodios de *breakthrough* (Figura IV.56, Tabla IV.9). Las presiones de *breakthrough* del primer y segundo episodio son semejantes en ambas fases, incluso ligeramente superior en la Fase 2. Este hecho se debe a que los primeros episodios suceden de manera instantánea y, por tanto, la bentonita no pierde sus propiedades iniciales como sucede en los episodios donde tiene lugar un flujo de gas gradual.

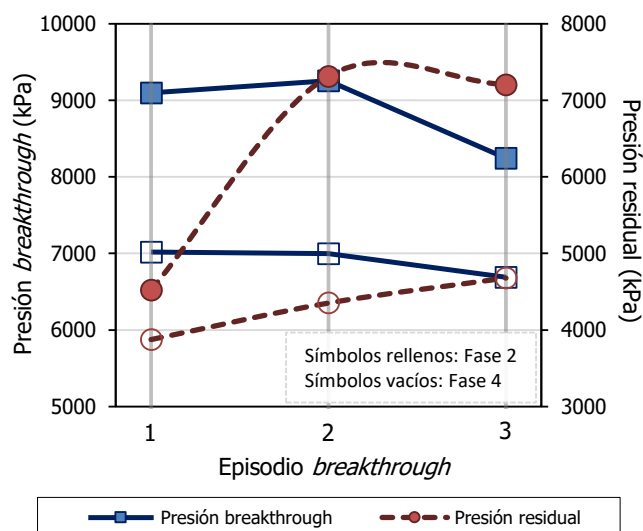


Figura IV.56. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,5_38.

Tabla IV.9. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,5_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(b) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(c) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(d) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2 (a)	1	1577	4,61	9100	1	4500	--	--	27,3	--
	2	664	2,58	9300	654	7300	$1,3 \cdot 10^{-23}$			
	3	432	--	8200	144	7200	$3,8 \cdot 10^{-22}$			
4	1	1662	--	7000	<1	3900	--	1,53	28,8	102
	2	583	--	7000	1	4400	--			
	3	363	--	6700	777	4700	$3,0 \cdot 10^{-23}$			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al breakthrough (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (d) Mínimo valor.

La permeabilidad en el tercer episodio de la Fase 2 es un orden de magnitud superior al segundo debido a una mayor disponibilidad de trayectorias de paso de gas, algunas de ellas definidas por el flujo de gas previo (Figura IV.57). La tendencia es una disminución rápida en la permeabilidad para cambios pequeños en la diferencia de presión entre ambos depósitos.

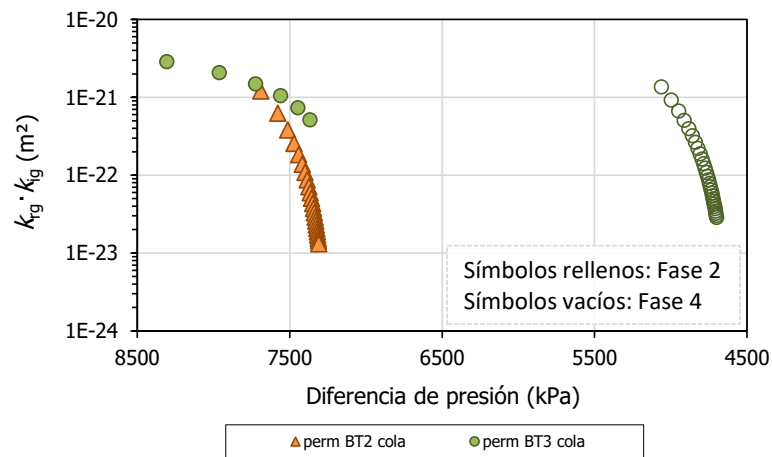


Figura IV.57. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,5_38 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje la sección superior se encuentra ligeramente más seca y más densa (28,8 %, 1,50 g/cm³) que la inferior (29,3 %, 1,48 g/cm³) debido a su contacto con el gas.

IV. 8. Ensayo **BT1,5_38_h2****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	1,85
Volumen molde (cm ³)	21,01	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,50	Humedad inicial (%)	13,3
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,61	Grado de saturación (%)	53
Presión de compactación (MPa)	9,4	Fecha de fabricación	25/06/14

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	314	29,4	1,59	113	0,6	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	83	28,5	1,55	104	6,8	3,9	$3,9 \cdot 10^{-22}$	$1,3 \cdot 10^{-14}$	$3,4 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
2º saturación	261	30,0	1,50	101	0,6-2,0	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i>	--	--	--	--	--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,50±0,01	Humedad final (%) ^(b)	30,0±0,2	Por secciones	Superior	30,0	1,49	100
Peso seco final (g)	33,84	Altura final (cm)	1,99		Media	--	--	--
					Inferior	30,0	1,51	102

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,61 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 1,85 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 314 días, la densidad seca pasa a ser de $1,59 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 29,4 %.

Durante la **Fase 2** tuvo lugar un episodio de *breakthrough* con un valor de presión de 6800 kPa que se estabilizó a los 8 días aproximadamente (197 h). Los valores más bajos de permeabilidad efectiva y al gas calculados son de $3,9 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ y $3,4 \cdot 10^{-15} \text{ m/s}$, respectivamente (Figura IV.58, Tabla IV.10).

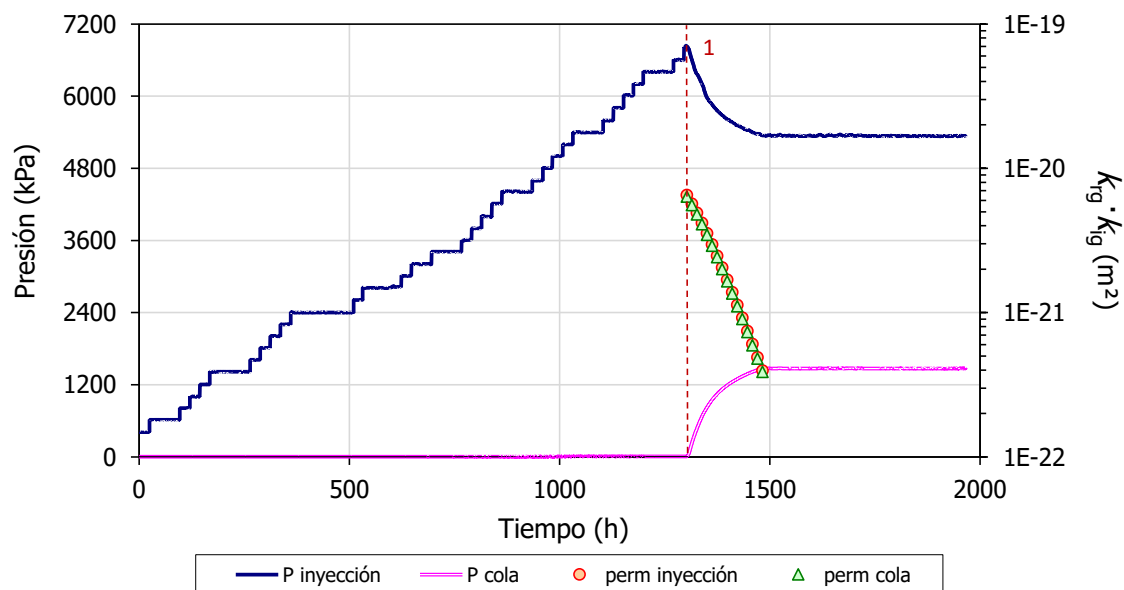


Figura IV.58. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,5_38_h2.

Tabla IV.10. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en la Fase 2 del ensayo BT1,5_38_h2.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}^{(c)}$ (m^2)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm^3)	w (%)	S_r (%)
2	1	1303	--	6800	197	3900	$3,9 \cdot 10^{-22}$	1,55	28,5	104

^(a) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

En el último escalón realizado no se registra una entrada de gas previa a la muestra aunque el *breakthrough* tiene lugar a las 5 h de haber subido la presión en el depósito de entrada (Figura IV.59a). Tras suceder el episodio de *breakthrough* se observa que la tasa de flujo de gas inicial es más baja y pasa a aumentar transcurridas 5 h (Figura IV.59b).

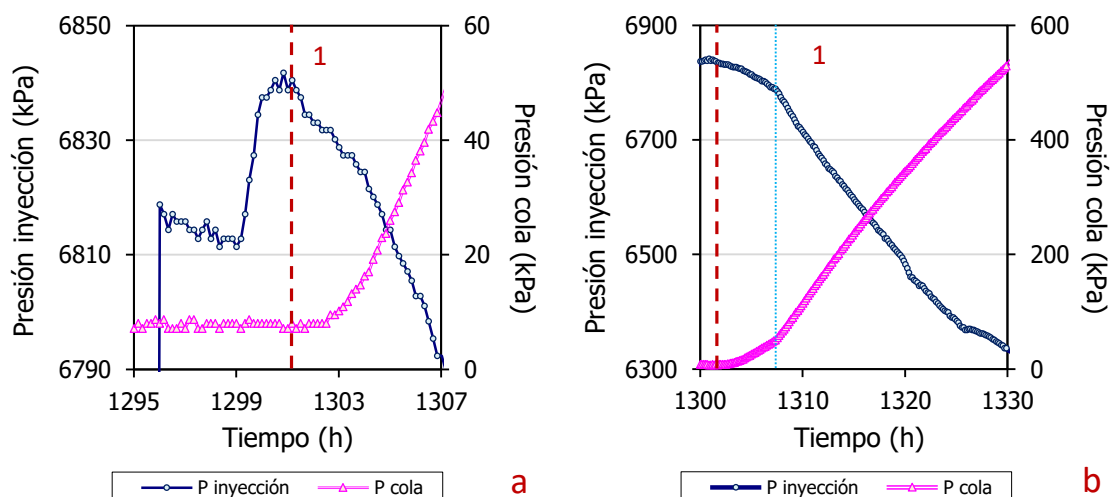


Figura IV.59. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough de Fase 2 del ensayo BT1,5_38_h2. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

Tras finalizar la **Fase 3** se realiza un ensayo de permeabilidad al agua para calcular la conductividad hidráulica de dicha muestra. El valor promedio de permeabilidad al agua y las condiciones fijadas en los ensayos vienen reflejados en la Tabla IV.11.

Tabla IV.11. Ensayo breakthrough: resultados de los ensayos de permeabilidad al agua en la Fase 3 del ensayo BT1,5_38_h2.

Carga hidráulica (kPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s) ^(a)	k_{iw} (m ²) ^(a)	Temperatura (°C)
550-1400	2900-7300	$8,45 \cdot 10^{-14}$	$8,62 \cdot 10^{-21}$	23

^(a) Valor promedio del conjunto de permeabilidades al agua obtenidas.

Tras el desmontaje no se observa gradación en las humedades obtenidas en la sección superior e inferior ya que la muestra se ha desmontado al finalizar un ensayo de permeabilidad al agua homogeneizando ambos extremos. Las densidades secas analizadas ambas partes son también prácticamente iguales, siendo ligeramente más densa la sección inferior ($1,51 \text{ g/cm}^3$) que la superior ($1,49 \text{ g/cm}^3$).

IV. 9. Ensayo **BT1,5_50****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	98,17	Sección (cm ²)	19,63
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,60	Humedad inicial (%)	13,7
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,62 ^(a)	Grado de saturación (%)	55 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	29,3	Fecha de fabricación	24/01/11

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	154	30,5	--	--	0,6-1,0	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	64	29,2	--	--	7,1	0	$8,6 \cdot 10^{-20}$	$2,1 \cdot 10^{-12}$	$1,6 \cdot 10^{-12}$
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
2º saturación	153	31,2	1,49	104	1,0	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i> ^(a)	68	29,4	1,50	100	7,5	0,0	$1,2 \cdot 10^{-21}$	$3,3 \cdot 10^{-14}$	$2,2 \cdot 10^{-14}$
					0,2	0,0	$5,5 \cdot 10^{-20}$	$1,1 \cdot 10^{-12}$	$1,5 \cdot 10^{-12}$
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,50±0,01	Humedad final (%) ^(b)	29,4±0,3	Por secciones	Superior	29,5	1,50	99
Peso seco final (g)	158,70	Altura final (cm)	5,41		Media	29,0	1,51	99
					Inferior	29,8	1,49	99

^{(a), (b)} Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) ensayada en celda de 50 mm de diámetro y una altura inicial de 5,00 cm nominal. No se dispone ni de densidad seca inicial comprobada ni tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**).

Dicho ensayo fue un ensayo piloto y ambas fases se iniciaron con una presión en el depósito de entrada de 1200 kPa, muy superior al valor finalmente fijado (400 kPa).

La presión de *breakthrough* alcanzada durante la **Fase 2** es de 7100 kPa (Figura IV.60). El flujo de gas cesa transcurridas aproximadamente 50 h, momento en el que los valores de presión entre los depósitos de entrada y salida se igualan, debido probablemente a que los caminos de paso de gas permanecen abiertos. La permeabilidad sigue una tendencia decreciente tras producirse el *breakthrough* para a continuación, aumentar hasta alcanzar valores superiores a los del comienzo. Este tipo de comportamiento, visto únicamente en otra muestra [BT1,4_50 (Fase 2)], responde a un primer flujo de gas que va disminuyendo conforme cae la diferencia de presión. Tras esa caída inicial, dicho flujo de gas se mantiene constante durante un periodo de tiempo y pasa a aumentar hasta el final del ensayo. Dicho incremento de flujo responde a un ensanchamiento de las trayectorias inicialmente establecidas o por la generación de nuevas conexiones. El valor de permeabilidad efectiva más bajo calculado es de $8,6 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$, semejante al calculado en la muestra BT1,4_50 durante la Fase 2 con semejante comportamiento.

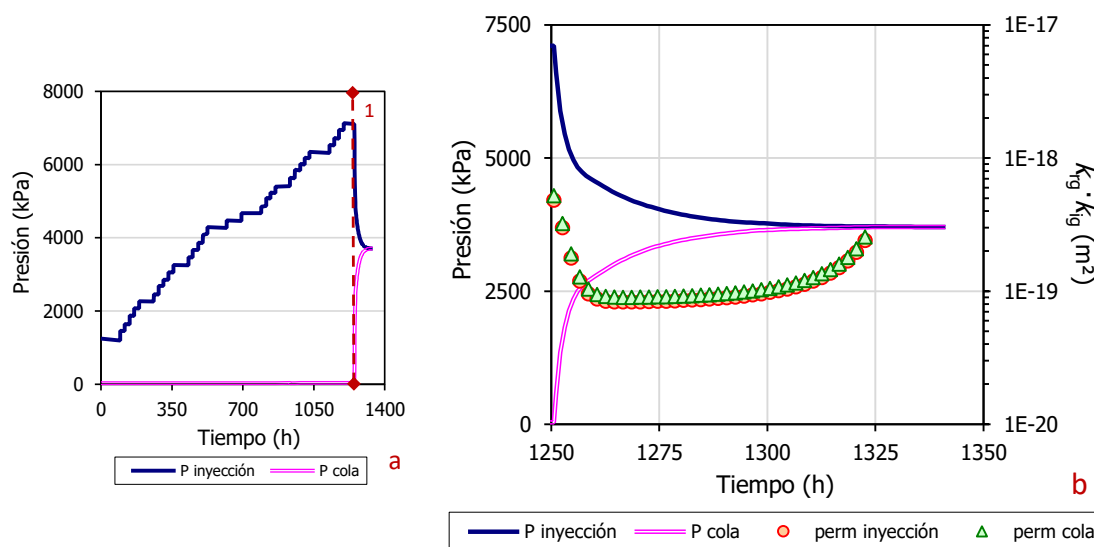


Figura IV.60. Ensayo breakthrough: (a) evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida y, (b) permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,5_50.

El único episodio de la Fase 2 sucede a las 48 h de haber realizado el último escalón. En dicho escalón se produce una entrada de gas de $\sim 6,39 \%$ con respecto al volumen total de porosidad de la muestra (Figura IV.61a). A esa tendencia general de caída de la presión de entrada se le superponen las oscilaciones de los cambios de temperatura diarios que sufre el laboratorio. Al ampliar el momento en el que sucede el *breakthrough* se observa un flujo de gas gradual, con un cambio simétrico en las presiones de entrada y salida (Figura IV.61b).

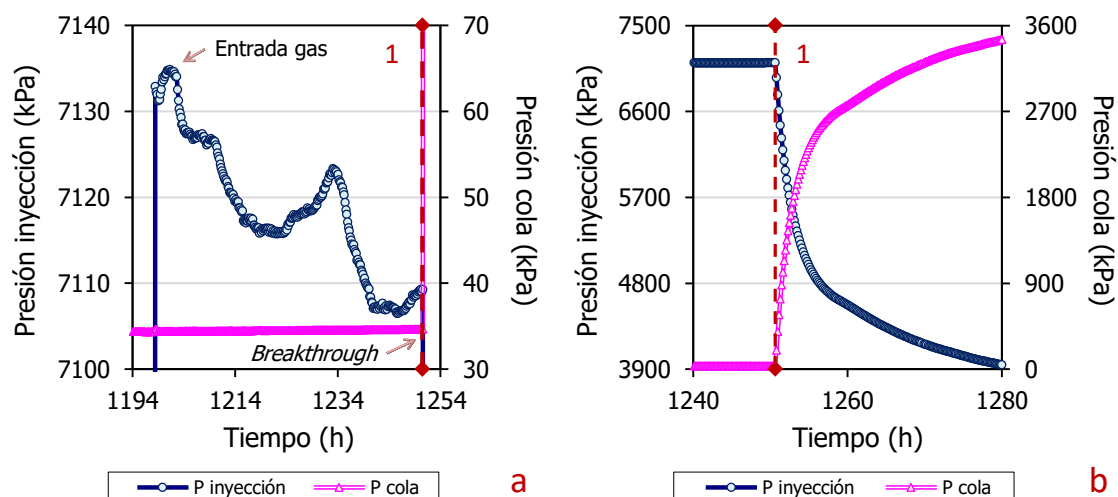


Figura IV.61. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough de Fase 2 del ensayo BT1,5_50. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

En la **Fase 4** (Figura IV.62), tras la estabilización del primer episodio, que tiene lugar para un valor de presión de 7500 kPa (prácticamente igual al valor de presión de la Fase 2), se procede a disminuir la presión en el depósito de salida en 200 kPa, y tras ese primer escalón, se establece flujo de gas a través de la muestra afirmando que las trayectorias permanecen abiertas. Los valores de permeabilidad obtenidos en el primer episodio muestran una tendencia poco común aumentando desde el principio ($1,2 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$) hasta el final ($4,7 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$) en varios órdenes de magnitud hasta que la diferencia de presión entre ambos depósitos se hace 0 y cesa el flujo de gas.

En el segundo episodio, los valores de permeabilidad efectiva calculados a partir de ambos depósitos no coinciden y mientras que la permeabilidad calculada a partir de los valores de presión del depósito de entrada aumenta, la de salida disminuye. El rango de tiempo en el que hay flujo es breve y los valores de permeabilidad son del mismo orden de magnitud, 10^{-20} m^2 , por lo que no se considera que las diferencias sean significativas.

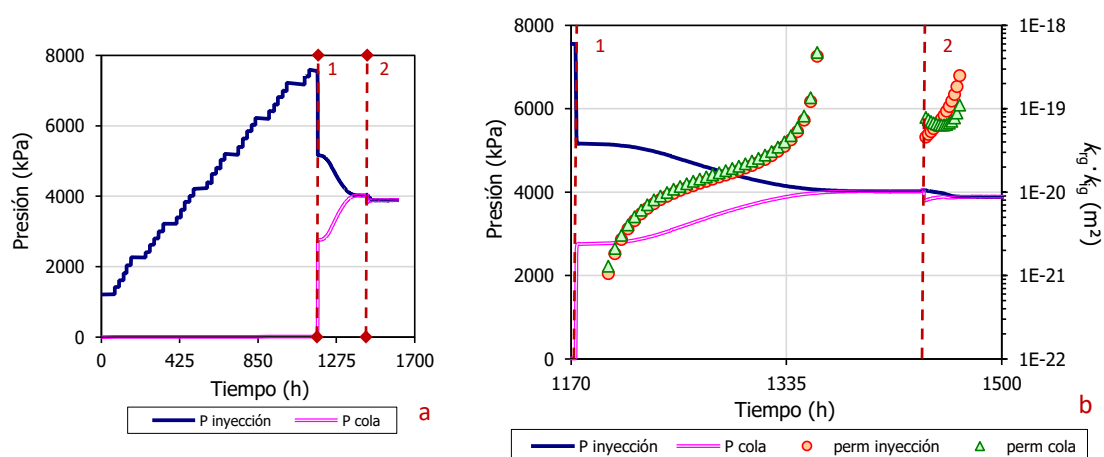


Figura IV.62. Ensayo breakthrough: (a) evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida y, (b) permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,5_50.

En el primer episodio de la Fase 4 tiene lugar un cambio brusco en las presiones de ambos depósitos durante los primeros 30 min con una tasa de flujo de aproximadamente 200 kPa/min y, a continuación, pasa a ser gradual con una tasa de 55 kPa/min

(Figura IV.63a). El segundo *breakthrough* sucede en el momento en el que se realiza el primer escalón de bajada (Figura IV.62b y Figura IV.63b). Previamente se observa un aumento en las presiones de entrada y salida debido a una oscilación térmica del laboratorio.

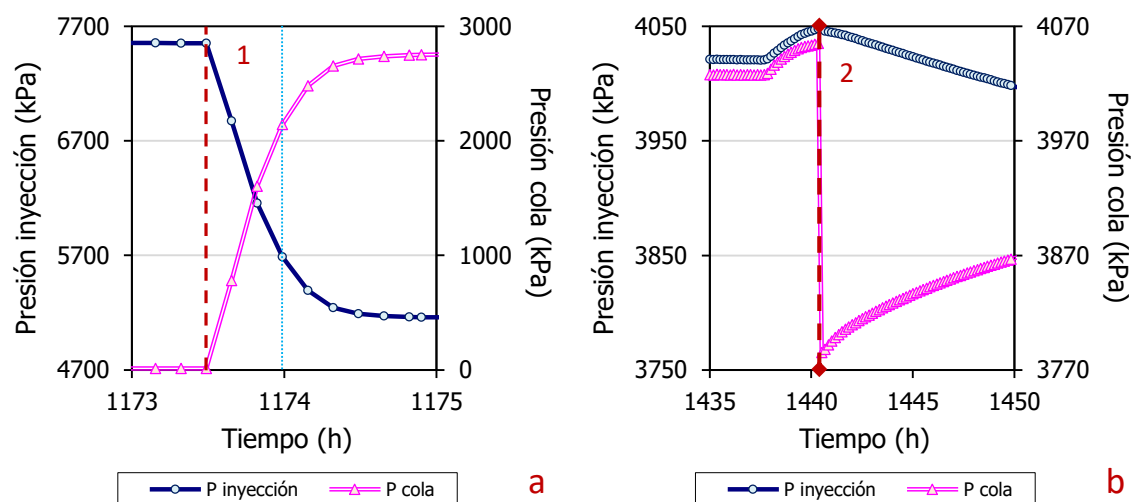


Figura IV.63. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de *breakthrough* en la Fase 4 del ensayo BT1,5_50.

Al ampliar los dos últimos escalones realizados en el primer episodio se observa entrada de gas en ambos (Figura IV.64a,b). La fracción de porosidad ocupada por gas antes del episodio es de $\sim 5,31\%$.

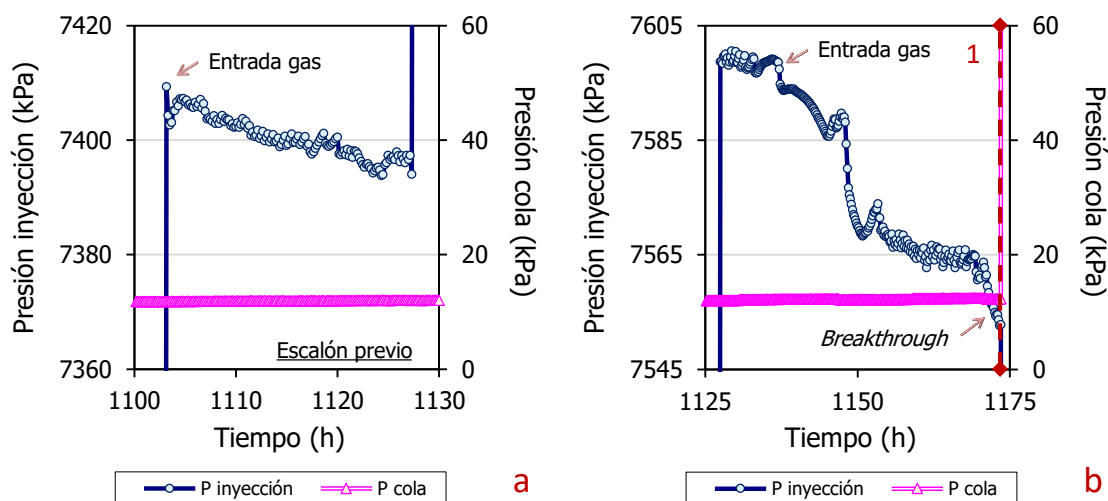


Figura IV.64. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al primer episodio de *breakthrough* en la Fase 4 del ensayo BT1,5_50. a) Escalón previo, b) último escalón.

Los primeros episodios de *breakthrough* de ambas fases (**Fases 2 y 4**) presentan una presión semejante siendo ligeramente superior el de la Fase 4 (Figura IV.65, Tabla IV.12). Sin embargo, el segundo episodio de la Fase 4 es prácticamente igual a 0 debido a que las trayectorias de paso de gas siguen abiertas y el flujo de gas se establece al momento de realizar el escalón de bajada. En el caso de esta muestra, los caminos preferentes de paso de gas se mantienen abiertos hasta el final. Una vez que se ha establecido el flujo de gas a través de la muestra las trayectorias permanecen conectadas hasta el ensayo de saturación en el

cual esos caminos se vuelven a sellar. En el caso del episodio de la Fase 2 no es posible afirmarlo ya que no se dispone de información posterior aunque se supone que el comportamiento sea semejante al observado en la Fase 4.

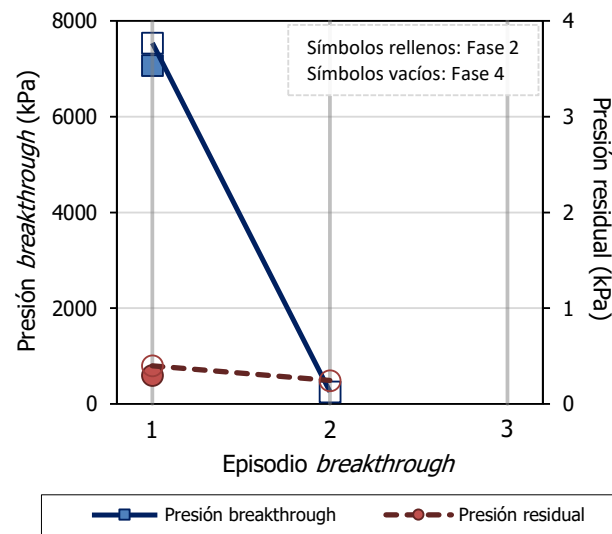


Figura IV.65. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,5_50.

Tabla IV.12. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,5_50.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(b) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(c) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(d) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2 ^(a)	1	1251	6,39	7100	72	0	$8,6 \cdot 10^{-20}$	--	29,2	--
4 ^(a)	1	1199	5,31	7500	197	0	$1,2 \cdot 10^{-21}$	1,50	29,4	100
	2	<1	--	200	25	0	$5,5 \cdot 10^{-20}$			

^(a) Fase piloto. ^(b) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas.

^(d) Mínimo valor.

Como ya se ha comentado, se produce un aumento de los valores de permeabilidad conforme la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida disminuye (Figura IV.66). Ese aumento en la permeabilidad sugiere que los caminos establecidos experimentan una mejor conexión, por agrandamiento de los preexistentes o creación de otros nuevos, a diferencia del comportamiento visto hasta ahora, en el que los trayectos se iban cerrando conforme la diferencia de presión se hacía más pequeña.

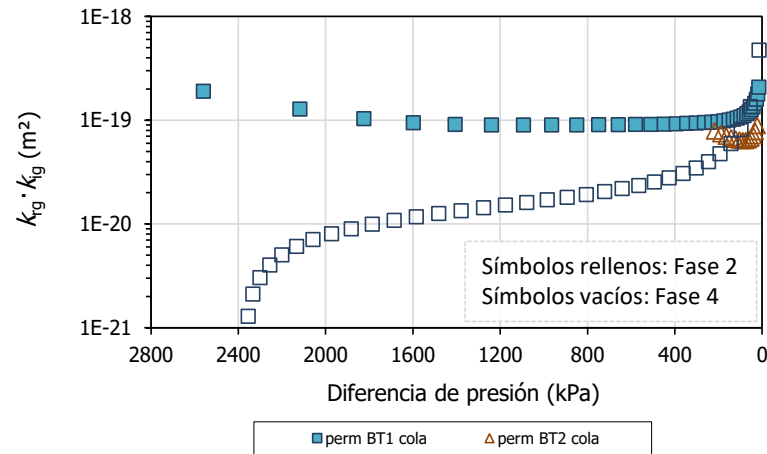


Figura IV.66. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,5_50 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje, la sección superior se encuentra ligeramente más seca y más densa (29,5 %, 1,50 g/cm³) que la parte inferior de la muestra (29,8 %, 1,49 g/cm³) por su contacto directo con el gas.

IV. 10. Ensayo **BT1,6_38****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	2,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	22,69	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,60	Humedad inicial (%)	13,7
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,61 ^(a)	Grado de saturación (%)	55 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	25,4	Fecha de fabricación	04/07/11

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	180	35,6	1,42	107	0,2-0,6	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i>	203	34,5	1,42	104	3,4	1,4	$8,8 \cdot 10^{-22}$	$1,4 \cdot 10^{-14}$	$4,3 \cdot 10^{-15}$
					2,3	1,3	$4,1 \cdot 10^{-22}$	$4,6 \cdot 10^{-15}$	$1,8 \cdot 10^{-15}$
					1,8	1,4	$2,0 \cdot 10^{-22}$	$2,3 \cdot 10^{-15}$	$3,4 \cdot 10^{-16}$
2º saturación	164	35,3	1,46	113	0,6-1,0	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i>	51	33,8	1,46	107	3,8	0,4	--	--	--
					2,9	0,1	--	--	--
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).**Desmontaje**

Desmontaje					w (%)	ρ _d (g/cm ³)	S _r (%)	
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,414±0,002	Humedad final (%) ^(b)	33,8±0,1	Por secciones	Superior	33,8	1,41	100
Peso seco final (g)	36,49	Altura final (cm)	2,20		Media	--	--	--
					Inferior	33,7	1,42	100

^(a), ^(b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 2,00 cm nominal. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 180 días, la densidad seca pasa a ser de 1,42 g/cm³ y la humedad de 35,6 %.

En la **Fase 2** del ensayo BT1,6_38, aunque se establece una presión inicial de 400 kPa, los escalones de subida se realizan por intervalos de 500 kPa. Durante dicha fase, tienen lugar tres episodios de *breakthrough* a 3400, 2300 y 1800 kPa. Tras el primer episodio de *breakthrough* la presión de salida experimenta una caída tras un primer aumento debido a una fuga en el depósito de salida. Una vez solucionado el problema, se restauran las presiones a las condiciones previas a la fuga (Figura IV.67, flechas), momento a partir del cual comienza a haber flujo y, por lo tanto, se calculan permeabilidades. Las permeabilidades obtenidas con las presiones de los depósitos de entrada y salida son distintas entre sí. Mientras la permeabilidad de cola disminuye de manera más abrupta, la de inyección se mantiene estable conforme disminuye la diferencia de presión. Dicho comportamiento puede ser atribuido a la alteración sufrida en este primer episodio. Los valores más bajos de permeabilidad efectiva para el conjunto de episodios presentan un orden de magnitud de 10⁻²² m². Las permeabilidades al gas obtenidas se encuentran entre 3,4·10⁻¹⁶ y 1,4·10⁻¹⁴ m/s. En torno a la mitad del tercer episodio de *breakthrough* se observan oscilaciones en la presión del depósito de entrada a causa de variaciones en la temperatura exterior (Figura IV.67, cuadrado).

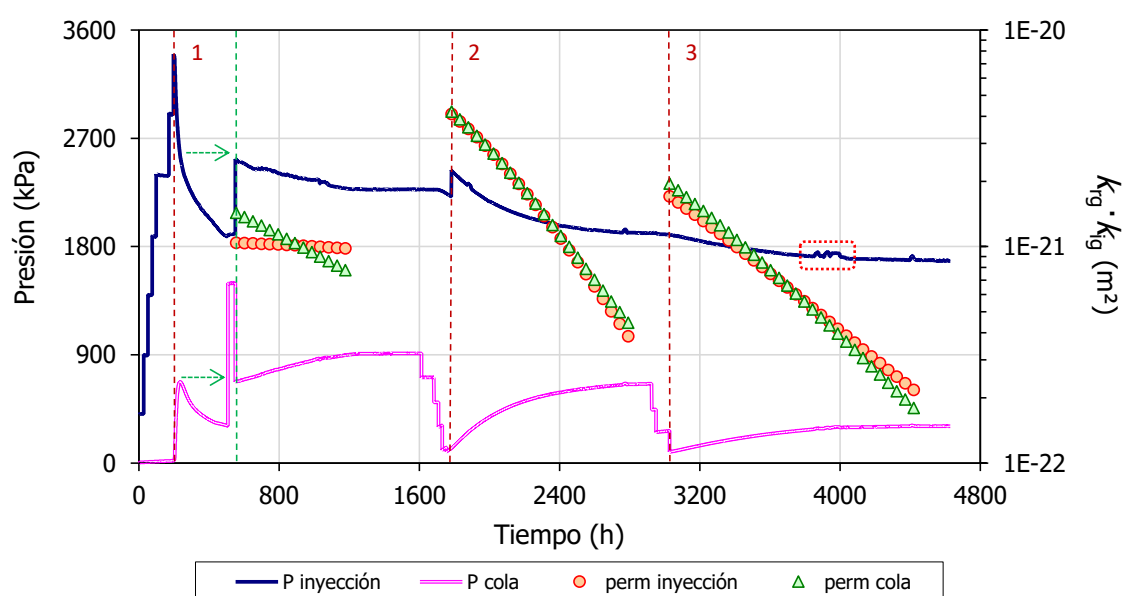


Figura IV.67. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,6_38.

Al ampliar el primer episodio de *breakthrough* (Figura IV.68a) se observa que la velocidad a la que disminuye la presión de inyección es mayor (5 kPa en aproximadamente 2 h) que la velocidad a la que aumenta la presión de salida (<1 kPa en esas mismas dos horas). Por lo que, durante ese periodo de tiempo, hay parte del gas que tiende a acumularse en el interior de la muestra. A continuación, transcurridas esas 2 primeras horas, la presión de salida experimenta un aumento considerable (5 kPa en 1 h), indicando que se ha establecido un mayor flujo de gas entre ambos extremos. El segundo y tercer episodio suceden en el momento en el que se realiza el último escalón y ambos tienen lugar de manera gradual (Figura IV.68b,c).

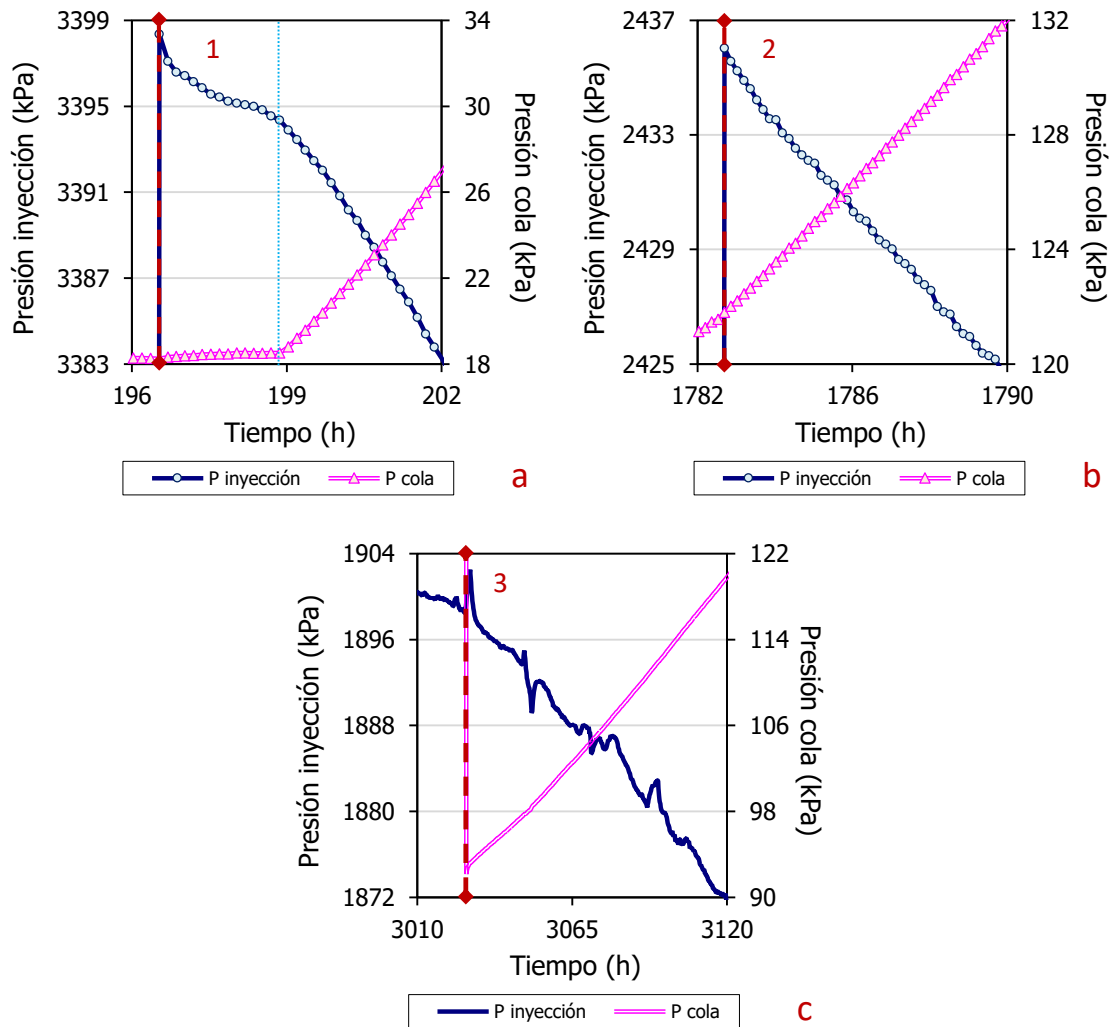


Figura IV.68. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los tres episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,6_38.

Como puede verse en la Figura IV.69 los valores de permeabilidad disminuyen gradualmente conforme desciende la diferencia de presión entre ambos extremos de la muestra, experimentando una caída más pronunciada al final. Dicho comportamiento muestra cómo se van cerrando las trayectorias de paso de gas conforme la diferencia de presión se va haciendo cada vez más pequeña.

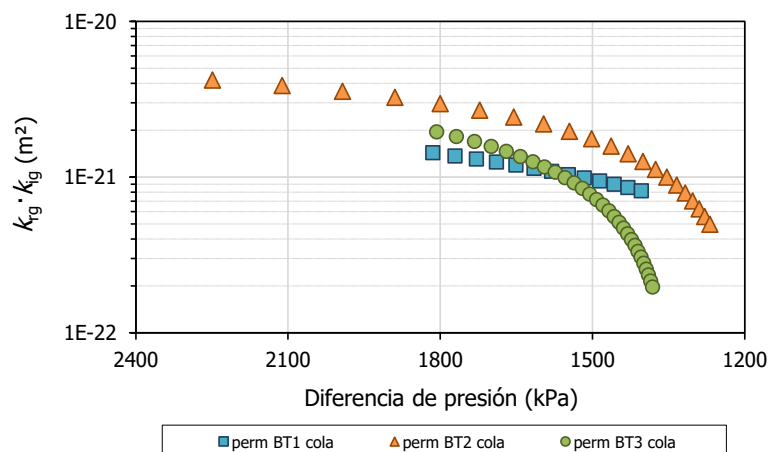


Figura IV.69. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en la Fase 2 del ensayo BT1,6_38 (representado en el sentido del ensayo).

Los episodios de la **Fase 4** presentan presiones de *breakthrough* de 3800 y 2900 kPa, y ambos se producen de manera instantánea, por lo que no es posible calcular permeabilidades (Figura IV.70). Como puede observarse en la Figura IV.71 (a,b) todo el paso de gas se produce en cuestión de 20 min (delimitado por líneas de rayas y puntos) y de manera simétrica en ambos depósitos. La tasa inicial de flujo de gas después del *breakthrough* es elevada en ambos episodios (~ 140 kPa/min) y transcurridos los primeros 10 min la tasa cae hasta 15 kPa/min en el primer episodio y cesa completamente en el segundo *breakthrough*.

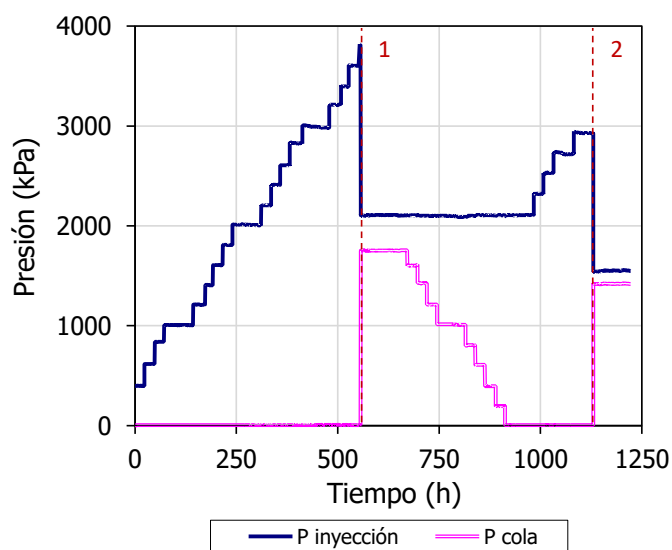


Figura IV.70. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 4 del ensayo BT1,6_38.

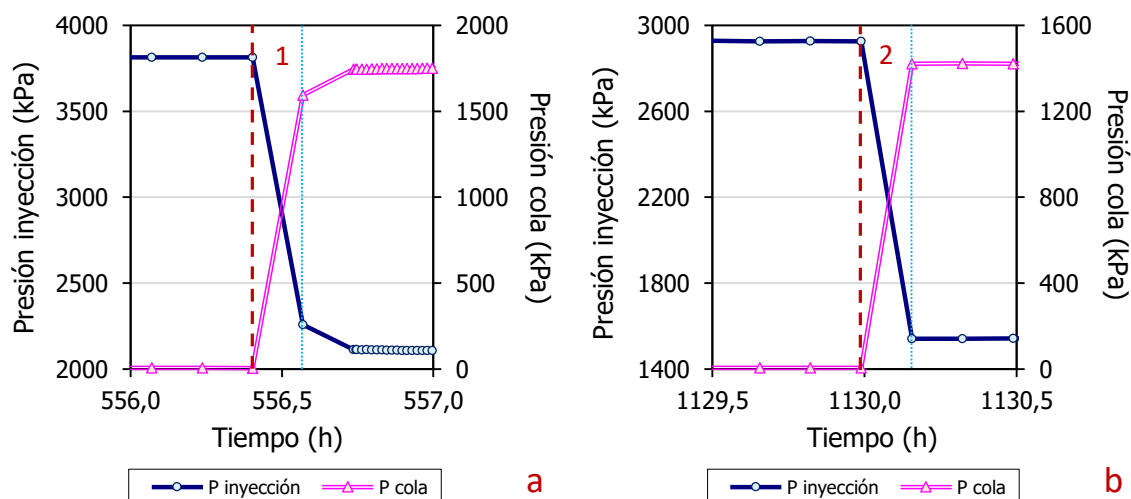


Figura IV.71. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,6_38.

Si se amplían los últimos escalones realizados en cada uno de los episodios, el primero de ellos sucede transcurridas 3 h aproximadamente y no se registra entrada de gas a la muestra (Figura IV.72a). Sin embargo, el segundo episodio registra una caída en la presión de entrada durante 40 h acumulando un volumen de gas inyectado de $\sim 3,56\%$ con respecto a la porosidad total de la muestra (Figura IV.72b).

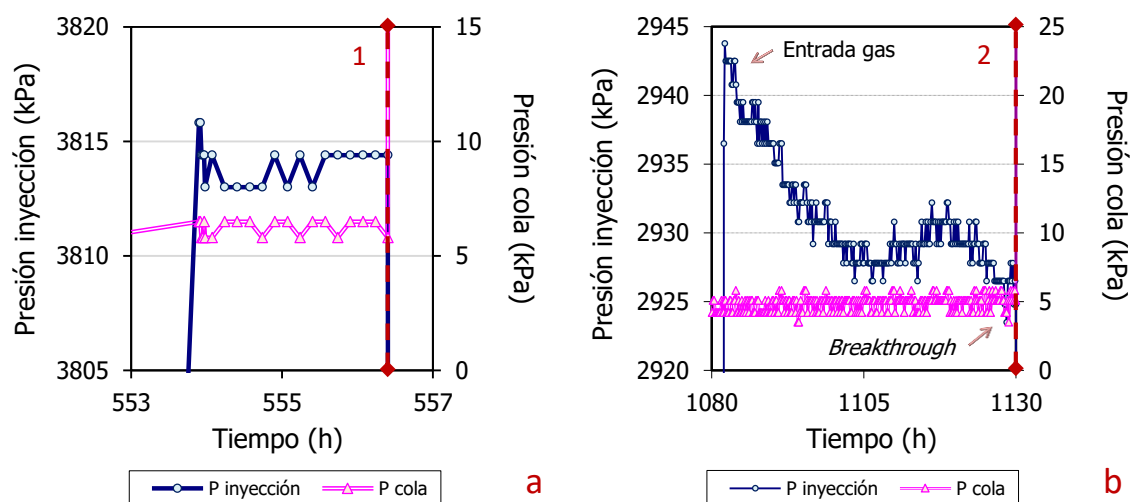


Figura IV.72. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,6_38.

El primer *breakthrough* de la **Fase 4** es mayor que el de la **Fase 2** y el segundo episodio de la Fase 4 es más elevado que su correspondiente en la Fase 2 porque va precedido de uno instantáneo (Figura IV.73, Tabla IV.13). Los primeros episodios de las Fases 2 y 4 presentan valores de presión semejantes a pesar de que los escalones de subida realizados en la Fase 2 fueron de 500 kPa en lugar de 200 kPa. En cuanto a las presiones residuales son semejantes en los tres episodios de la Fase 2 y considerablemente más bajas en la Fase 4.

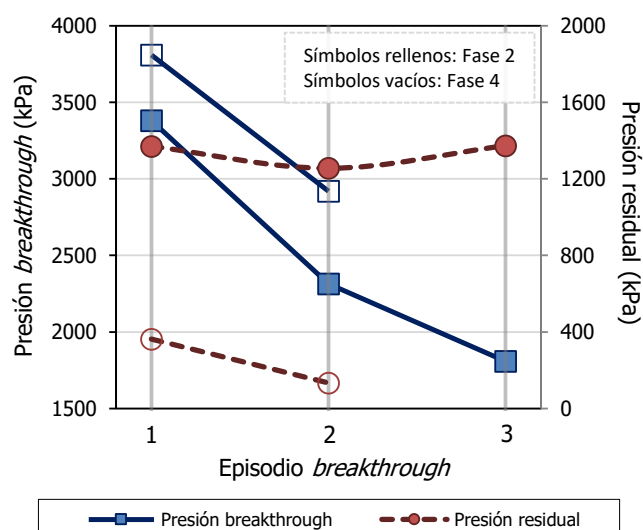


Figura IV.73. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,6_38.

Tabla IV.13. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,6_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(b) (h)	n _{gas} /n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(c) (h)	Presión residual (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^(d) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2 (a)	1	205	--	3400	690	1400	8,8·10 ⁻²²	1,42	35,4	104
	2	171	--	2300	1017	1300	4,1·10 ⁻²²			
	3	102	--	1800	1473	1400	2,0·10 ⁻²²			
4	1	556	--	3800	<1	400	--	1,46	33,8	107
	2	459	3,56	2900	<1	100	--			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al breakthrough (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (d) Mínimo valor.

Tras el desmontaje, la humedad en las secciones superior e inferior analizadas presentan prácticamente el mismo porcentaje, estando ligeramente más húmeda y menos densa la parte superior (33,8 % y 1,41 g/cm³) que la inferior (33,7 % y 1,42 g/cm³).

IV. 11. Ensayo **BT1,6_50****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	98,17	Sección (cm ²)	19,63
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,60	Humedad inicial (%)	13,9
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,58 ^(a)	Grado de saturación (%)	53 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	24,4	Fecha de fabricación	11/05/12

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	307	28,9	1,56	107	0,4-0,6	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	166	28,2	1,54	101	8,2	2,5	$5,9 \cdot 10^{-22}$	$2,1 \cdot 10^{-14}$	$9,4 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
2º saturación	224	30,4	1,50	102	0,6	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i> ^(a)	299	29,5	1,48	96	8,0	2,3	$1,3 \cdot 10^{-22}$	$4,4 \cdot 10^{-15}$	$2,1 \cdot 10^{-15}$
					--	3,1	$1,3 \cdot 10^{-22}$	$3,7 \cdot 10^{-15}$	$1,0 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).**Desmontaje**

Desmontaje				w Exterior (%)	w Interior (%)	w Interior (%)	ρ _d Interior (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,50±0,01	Por secciones	Superior	29,4	29,4	28,9	1,51	99
Peso seco final (g)	155,51		Media	29,4	29,1	29,3	1,50	98
			Inferior	29,9	30,2	29,7	1,49	99
Altura final (cm)	5,21	Humedad final (%) ^(b)		29,5±0,4			1,50	99

^(a), ^(b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) ensayada en celda de 50 mm de diámetro y una altura inicial de 5,00 cm nominal. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 307 días, la densidad seca pasa a ser de $1,56 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 28,9 %.

El único episodio de *breakthrough* que sucede en la **Fase 2** tiene lugar a una presión de 8200 kPa. Al comienzo, el gas pasa a través de la muestra a mayor velocidad y transcurridas aproximadamente 24 h, la velocidad disminuye hasta mantener una tendencia gradual el resto de ensayo. Un fallo en el sensor ubicado a la salida hizo que se registraran valores erróneos durante 22 h. A partir de las 2350 h hubo una fuga en el depósito de salida vaciándose por completo, además de un problema en la máquina de aire acondicionado alterando las presiones del depósito de entrada. A pesar de todos los inconvenientes, tal y como se muestra en la Figura IV.74, es posible calcular valores de permeabilidad efectiva y al gas, obteniendo como valores más bajos $5,9 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ y $9,4 \cdot 10^{-15} \text{ m/s}$, respectivamente.

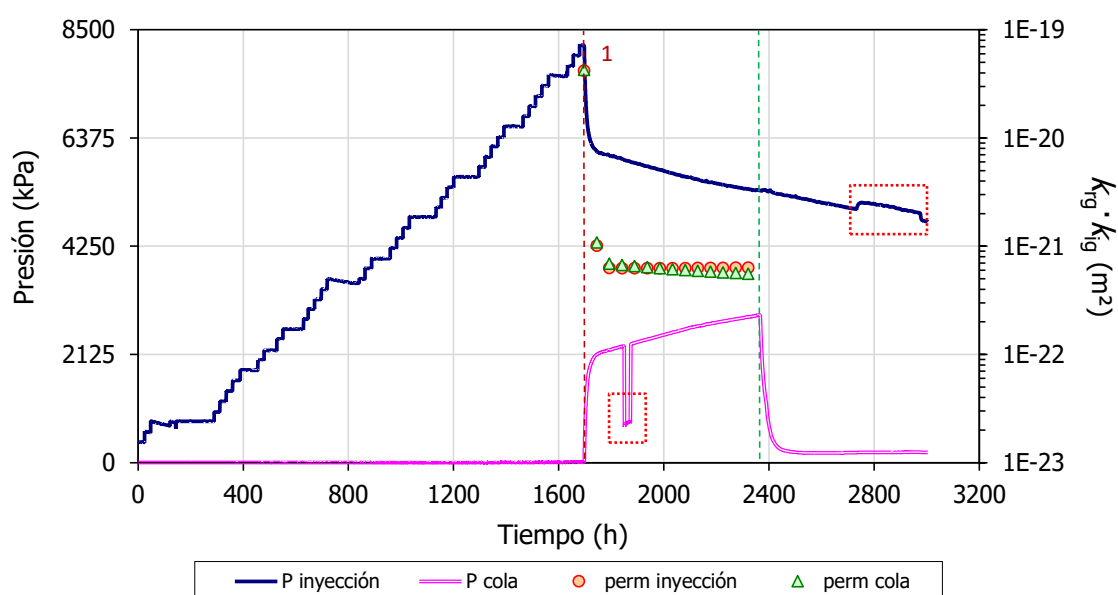


Figura IV.74. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,6_50.

Tras aumentar la presión en el último escalón, se registra una entrada de gas a la muestra (Figura IV.75a). En la parte final se observa un ligero aumento debido a las oscilaciones térmicas del laboratorio. El volumen de poros que pasa a estar ocupado por gas antes de que se produzca el episodio es de $\sim 2,72 \%$ con respecto a la porosidad total de la muestra. Al ampliar el momento después del episodio de *breakthrough* se observa que el cambio de presiones es simétrico en ambos depósitos, y la tasa en el flujo de gas aumenta transcurridos los primeros 10 min de 2 a 20 kPa/min (Figura IV.75b).

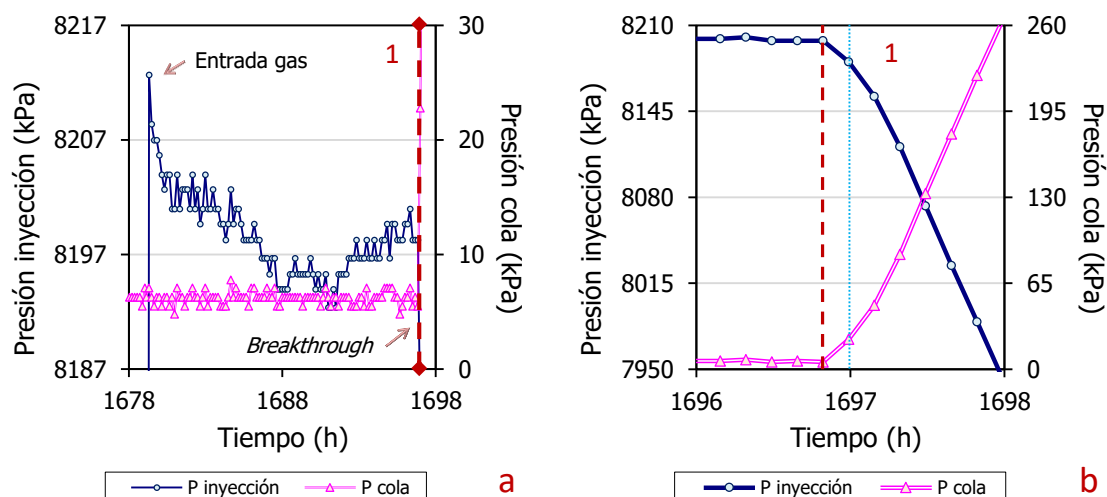


Figura IV.75. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough de Fase 2 del ensayo BT1,6_50. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

En la **Fase 4**, el primer episodio sucede a una presión de 8000 kPa (Figura IV.76). Al igual que en el primer episodio de la Fase 2, el flujo de gas es mayor al comienzo del ensayo. Tras producirse el *breakthrough*, el sensor en el depósito de salida falla registrando un rango de presiones erróneas durante un par de días. Antes de producirse la estabilización del flujo de gas se comienza a disminuir la presión de salida y se comprueba que las permeabilidades calculadas al volver a aumentar la diferencia de presión siguen siendo del mismo orden. El flujo de gas continúa después de cuatro meses sin llegar a estabilizarse por lo que se asume que las trayectorias permanecen abiertas al final del ensayo. Las permeabilidades efectivas y al gas más bajas calculadas son del orden de 10^{-22} m^2 y 10^{-15} m/s , respectivamente.

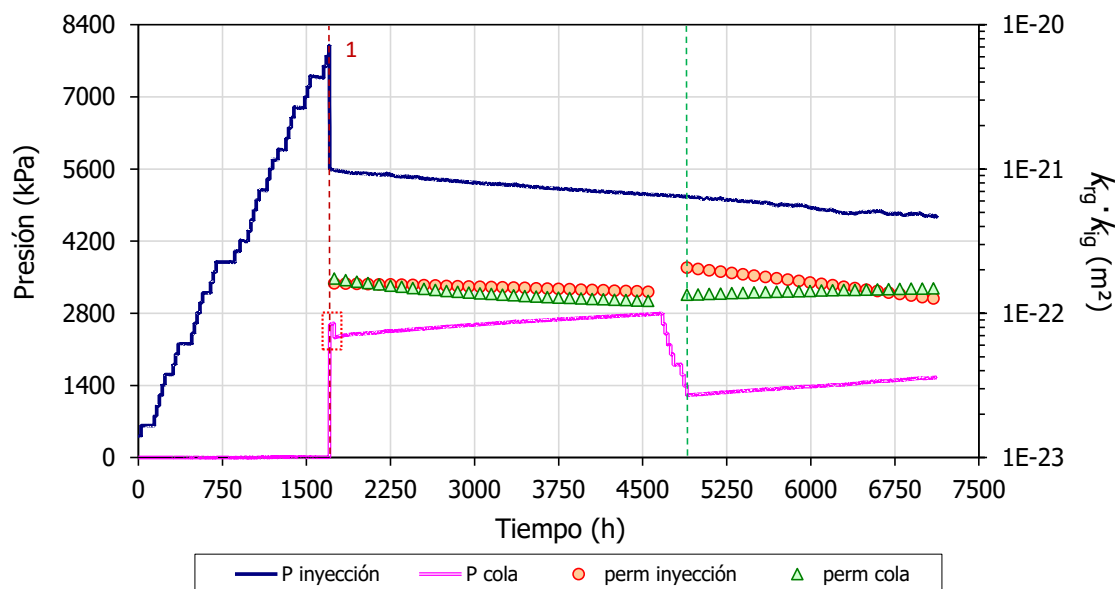


Figura IV.76. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,6_50.

En el último escalón no se registra una entrada de gas previa (Figura IV.79a), pero sí en tres de los escalones previos con un volumen de gas inyectado de $\sim 4,29\%$ con respecto a la porosidad total de la muestra. Al igual que en el episodio de *breakthrough* de la Fase 2, la

variación de presión en los depósitos de entrada y salida es prácticamente simétrica en ambos. La tasa de flujo de gas inicial es superior durante la primera media hora (165 kPa/min) y luego cae (Figura IV.79b).

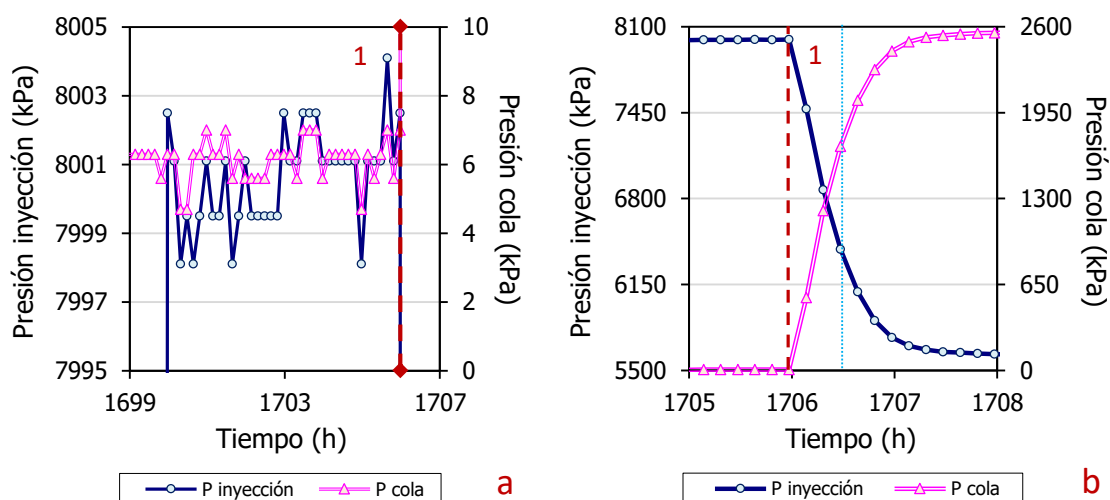


Figura IV.77. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough de Fase 4 del ensayo BT1,6_50. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

Las presiones de *breakthrough* y residuales de los primeros episodios son semejantes para las **Fases 2 y 4** (Tabla IV.14). En la Figura IV.78 quedan representadas dos presiones residuales a pesar de que solo se ha considerado un episodio de *breakthrough* en la Fase 4. La presión residual aumenta notablemente tras intentar establecer otro episodio de *breakthrough* durante la Fase 4.

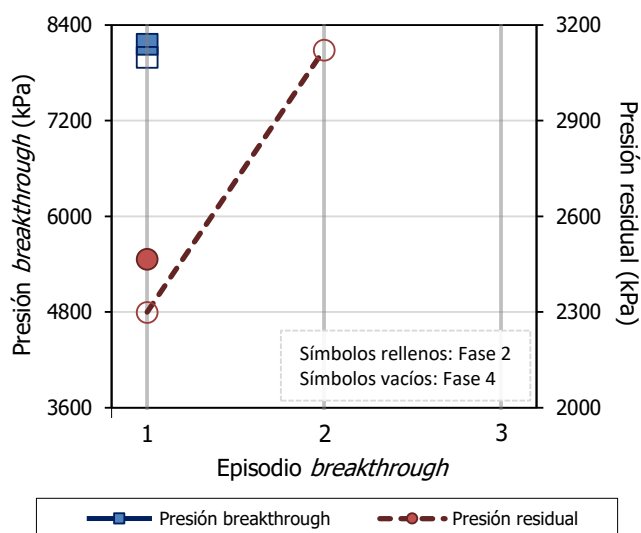


Figura IV.78. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,6_50.

Tabla IV.14. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,6_50.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	1697	2,72	8200	--	2500	$5,9 \cdot 10^{-22}$	1,54	28,2	101
4	1	1749	4,29	8000	--	2300	$1,3 \cdot 10^{-22}$	1,48	29,5	96
	--	--	--	--	--	3100	$1,3 \cdot 10^{-22}$			

(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). (b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (c) Mínimo valor.

En la Figura IV.79 las permeabilidades efectivas de dos episodios de *breakthrough* se mantienen prácticamente constantes (dentro de un mismo orden de magnitud) conforme disminuye la diferencia de presión. Los valores del primer episodio de la Fase 2 son un orden de magnitud superior a los de la Fase 4.

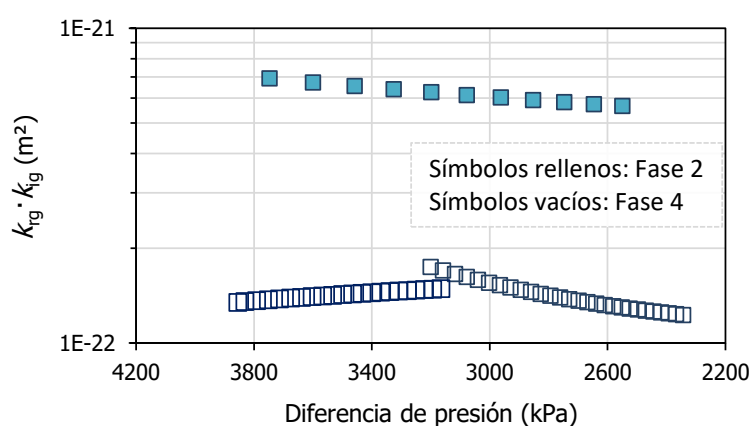


Figura IV.79. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva de cola del primer breakthrough frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,6_50 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje se observa una gradación en la humedad desde el extremo superior, ligeramente más seco y denso (con un promedio de 29,2 % y 1,51 g/cm³) que el inferior (con un promedio de 29,9% y 1,49 g/cm³). Sin embargo, las humedades calculadas en la sección transversal (zona externa e interna) presentan valores semejantes (con un promedio de ~29,6 %).

Tras el desmontaje se realizaron porosimetrías y difracción de rayos X en tres secciones distintas. Las tres secciones presentan una distribución semejante en mesoporos, mientras que en la parte superior, la macro y microporosidad son ligeramente superior e inferior, respectivamente (Tabla IV.15). En la Figura IV.80 se observa una segunda familia nueva de poros, dentro del rango de la macroporosidad, con una moda mucho mayor en la sección superior, mientras la moda de la mesoporosidad se mantiene parecida en todas las secciones.

Tabla IV.15. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio y difracción de rayos X del ensayo BT1,6_50.

BT1,6_50	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm	Espaciado (Å) ^(b)
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)	
SUPERIOR	1,51	28,9	47	375251	18	12	35	16,9
MEDIA	1,50	29,3	41	333180	19	15	40	17,4
INFERIOR	1,49	29,7	39	15251	19	15	42	17,7

(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm. (b) Media ponderada de los espaciados obtenidos teniendo en cuenta la intensidad relativa de cada uno de ellos.

En dicho ensayo se determinaron mediante difracción de rayos X los espaciados basales de las esmectitas en las partes superior, media e inferior de la muestra. Los dos espaciados basales obtenidos para cada una de esas secciones son de: 16,1-17,7, 16,4-18,7 y 16,1 y 17,8 Å, respectivamente. Principalmente, en todas las secciones predominan dos capas de agua en la interlámina. A su vez, se observa una gradación de los espaciados siendo estos mayores conforme aumenta la humedad hacia la parte inferior de la muestra (Tabla IV.15).

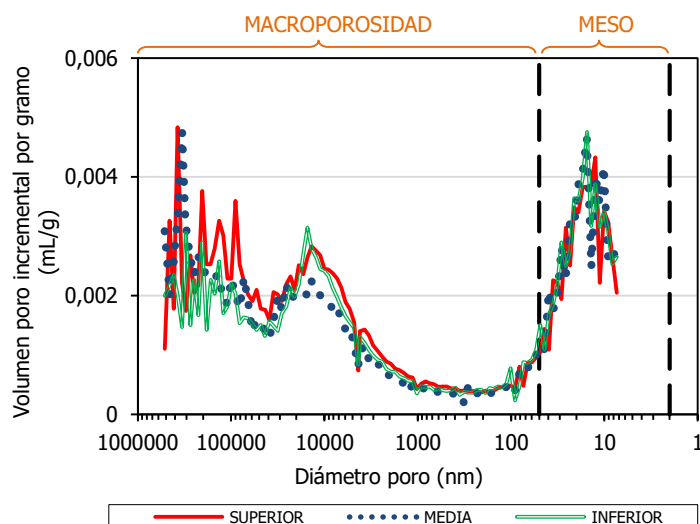


Figura IV.80. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior, media e inferior de la muestra tras el desmontaje del ensayo BT1,6_50.

IV. 12. Ensayo **BT1,7_38****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	2,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	22,68	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,70	Humedad inicial (%)	14,3
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,70 ^(a)	Grado de saturación (%)	66 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	38,1	Fecha de fabricación	05/07/11

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	222	31,6	1,55	114	1,0	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	156	30,5	1,50	102	6,0	0,7	--	--	--
					5,5	3,6	$6,2 \cdot 10^{-23}$	$1,9 \cdot 10^{-15}$	$2,0 \cdot 10^{-18}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	164	31,7	1,52	111	0,6-1,0	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i> ^(a)	141	30,7	1,53	108	6,8	0,2	--	--	--
					6,2	3,6	$3,4 \cdot 10^{-22}$	$1,0 \cdot 10^{-14}$	$2,3 \cdot 10^{-17}$
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,48±0,01	Humedad final (%) ^(b)	30,7±1,0	Por secciones	Superior	29,9	1,48	98
Peso seco final (g)	38,67	Altura final (cm)	2,26		Media	--	--	--
					Inferior	31,4	1,47	101

^{(a), (b)} Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 2,00 cm nominal. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 222 días, la densidad seca pasa a ser de $1,55 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 31,6 %.

Durante la **Fase 2**, los valores de presión alcanzados en el primer y segundo episodio de *breakthrough* son de 6000 y 5500 kPa (Figura IV.81). El primero tiene lugar de manera instantánea, y el gas pasa en menos de 20 min. El valor de permeabilidad efectiva más bajo obtenido en el segundo episodio es de $6,2 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$, y las permeabilidades al gas de entrada y salida son $1,9 \cdot 10^{-15}$ y $2,0 \cdot 10^{-18} \text{ m/s}$, respectivamente. Al final del ensayo se registran ciertas oscilaciones en la presión de entrada debido a las fluctuaciones térmicas que se producen en el laboratorio.

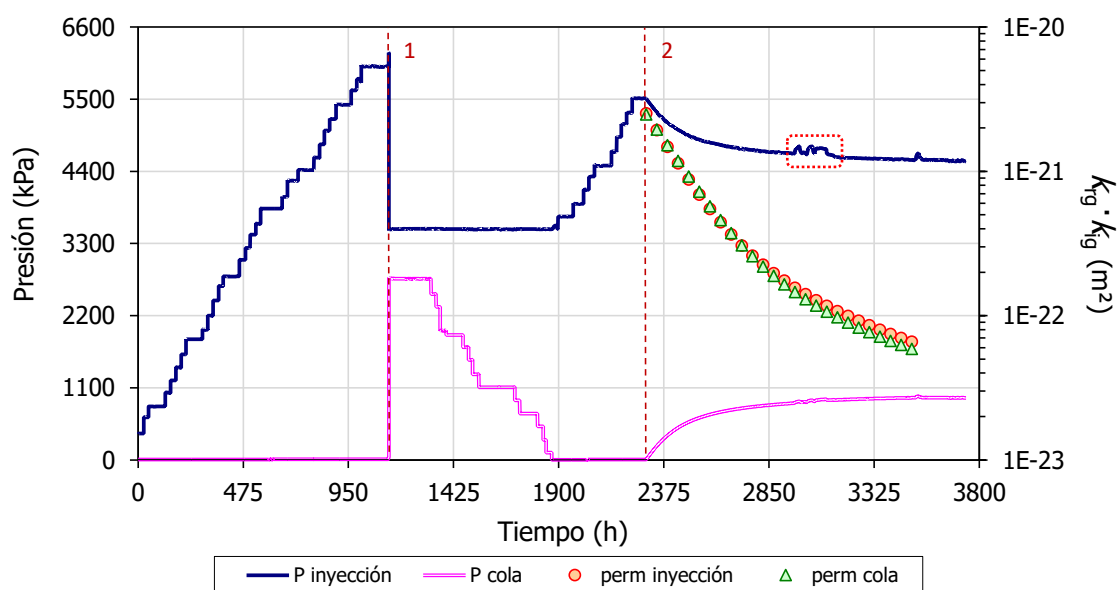


Figura IV.81. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,7_38.

El flujo de gas inicial establecido en el primer episodio es de 254 kPa/min y, transcurridos los primeros 10 min, el flujo cae a 16 kPa/min , así que el transporte de gas a través de la muestra tiene lugar prácticamente entre dos medidas consecutivas (Figura IV.82a). En el caso del segundo *breakthrough*, se observa un flujo de gas gradual (Figura IV.82b).

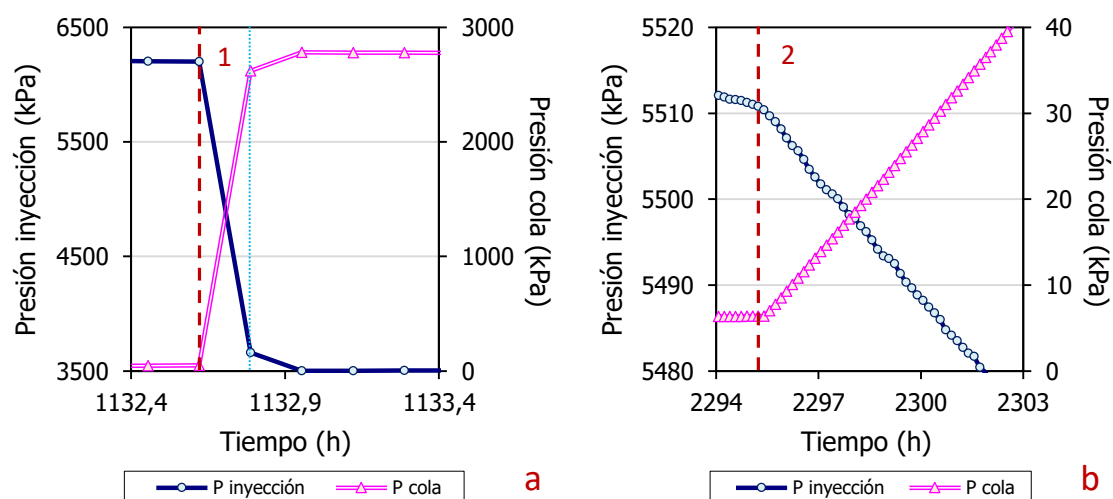


Figura IV.82. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,7_38.

Al ampliar el escalón previo de ambos episodios se observa que el primero de ellos sucede a los 20 min de realizar el escalón. Esa instantaneidad probablemente se deba a que previamente ya había un leve flujo de gas como puede verse en la Figura IV.83 (a). Sin embargo, en el segundo episodio, el *breakthrough* sucede transcurridas 65 h. En este último caso, se registran fuertes oscilaciones de la presión de entrada producidas por variaciones de la temperatura en el laboratorio durante el periodo estival y, además, se registra un leve flujo de gas (Figura IV.83b).

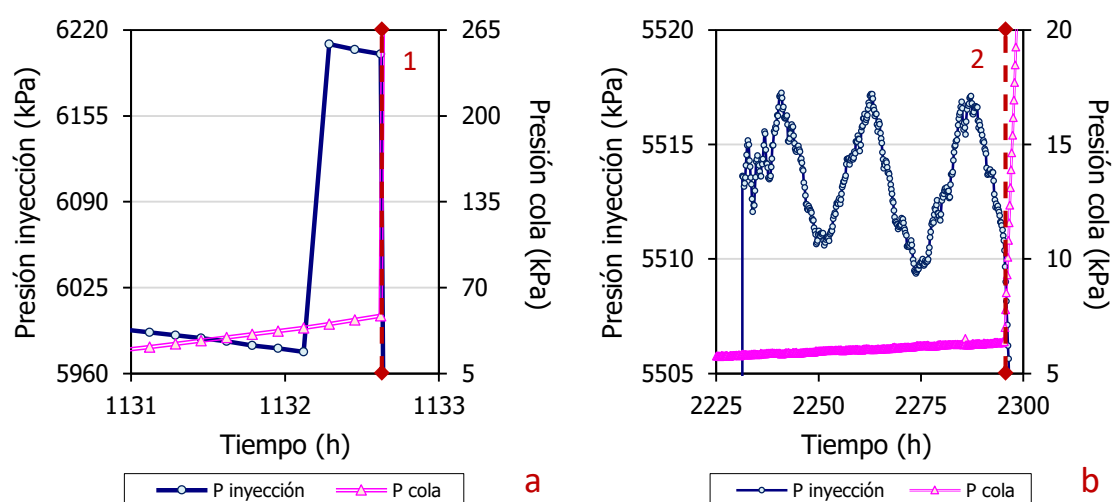


Figura IV.83. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,7_38.

La **Fase 4** presenta el mismo patrón que la Fase 2. Al igual que en la fase anterior, el primer episodio, con un valor de presión de 6800 kPa, sucede de manera instantánea, y el segundo, de 6200 kPa, tiene lugar gradualmente. Los valores de permeabilidad efectiva y al gas más bajos son $3,4 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ y $2,3 \cdot 10^{-17} \text{ m/s}$, respectivamente.

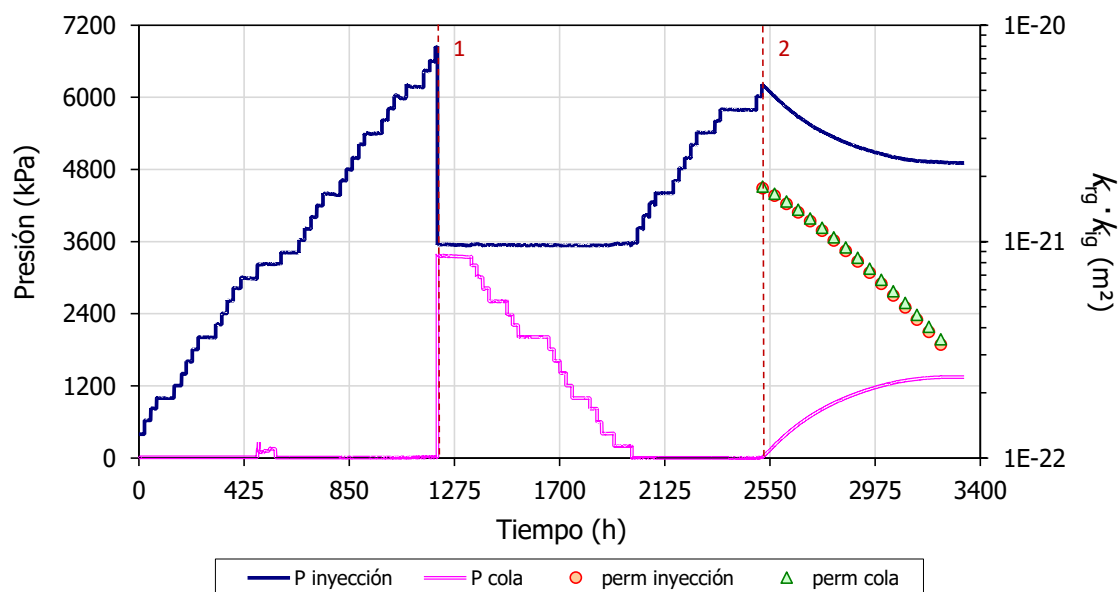


Figura IV.84. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,7_38.

Al observar en detalle el primer episodio de *breakthrough*, no se registra una entrada de aire previa y el flujo inicial de gas establecido durante los primeros 10 min es de ~ 307 kPa/min) y cae a ~ 23 kPa/min transcurrido ese tiempo (Figura IV.85a). El segundo episodio sucede al momento de realizar el último escalón y la tasa de flujo de gas es lenta y de manera gradual (Figura IV.85b).

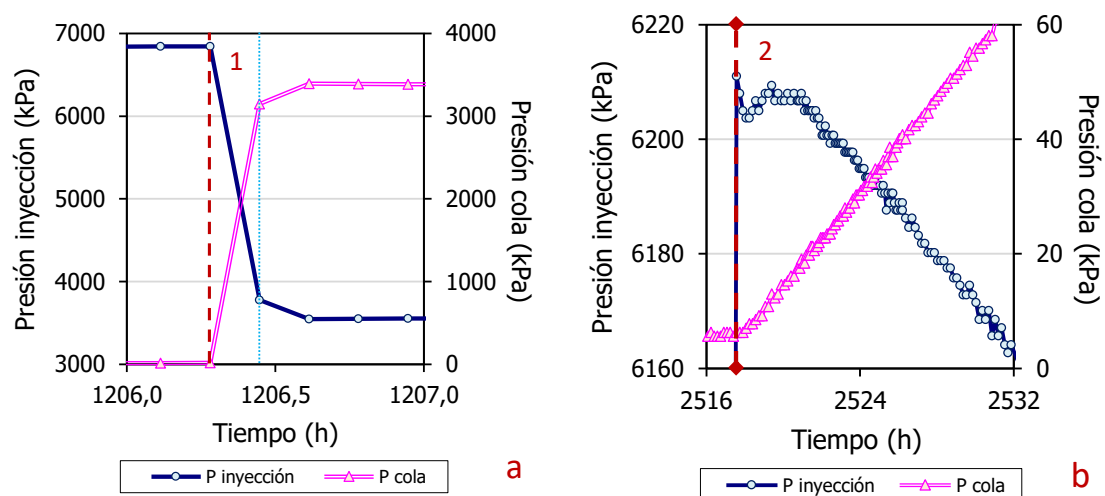


Figura IV.85. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,7_38.

El paso inmediato de gas en el segundo episodio se debe a la entrada de gas registrada en los dos escalones previos (Figura IV.86a, b). El volumen de gas rellenando el espacio poroso antes de que suceda el *breakthrough* es de $\sim 1,74$ % con respecto a la porosidad total de la muestra.

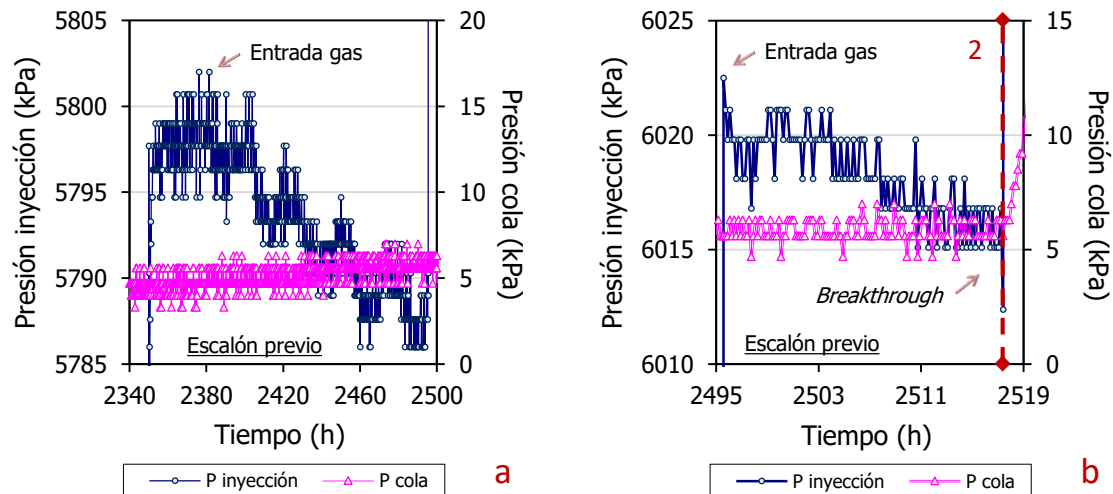


Figura IV.86. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al segundo episodio de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,7_38. a), b) Escalones previos.

En cuanto a las presiones de *breakthrough*, los valores obtenidos en la **Fase 4** son superiores a la **Fase 2**, a pesar de seguir patrones semejantes (primer episodio instantáneo, segundo gradual, Figura IV.87, Tabla IV.16). Sin embargo, las presiones residuales en los segundos episodios son prácticamente iguales y superiores a las presiones de los primeros. Las presiones residuales bajas corresponden con episodios que han sucedido de manera instantánea.

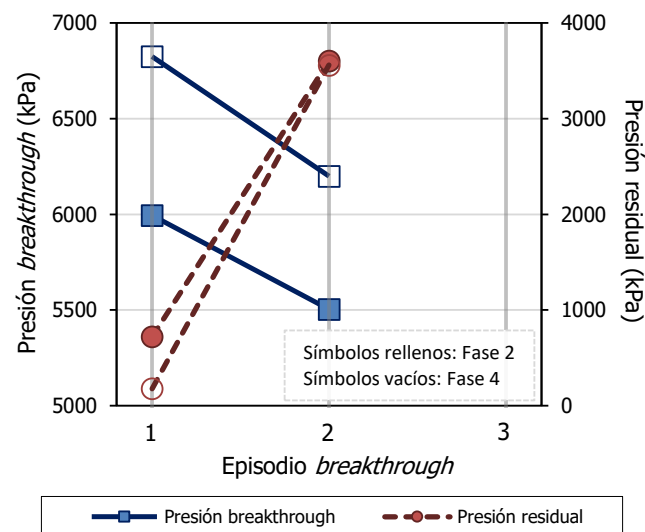


Figura IV.87. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,7_38.

Tabla IV.16. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,7_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	1132	--	6000	<1	700	--	1,50	30,5	102
	2	972	--	5500	1205	3600	$6,2 \cdot 10^{-23}$			
4	1	1206	--	6800	<1	200	--	1,53	30,7	108
	2	1176	1,74	6200	667	3600	$3,4 \cdot 10^{-22}$			

(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). (b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (c) Mínimo valor.

A pesar de que los valores de *breakthrough* de la Fase 2 y 4 son distintos, las permeabilidades efectivas presentan tendencias y valores semejantes hasta alcanzar una diferencia de presión de 4200 kPa, a partir de la cual se bifurcan, alcanzando valores más bajos los correspondientes a la Fase 2 (Figura IV.88).

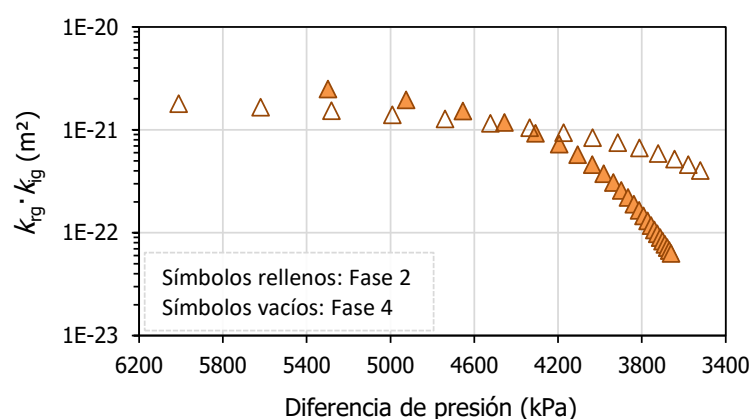


Figura IV.88. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva de cola del segundo breakthrough frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,7_38 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje, la parte superior se encuentra ligeramente más seca y densa (29,9 % y 1,48 g/cm³) que la parte inferior (31,4 % y 1,47 g/cm³).

Tras el desmontaje se analizaron las porosimetrías de la zona superior e inferior. A diferencia de las muestras vistas hasta ahora, el porcentaje en microporosidad es mayor (56 %) a la suma de la macro y mesoporosidad (Tabla IV.17) debido a la mayor densidad seca de dicha muestra. En las curvas representadas en la Figura IV.89 se observa ese cambio de tendencia con respecto a las muestras anteriormente analizadas. Siguen quedando representadas dos familias bien diferenciadas, pero el porcentaje de poro intruido es mayor en el rango de la mesoporosidad que en la macroporosidad, a diferencia de las gráficas representadas previamente en las muestras BT1,3_38, BT1,3_50 y BT1,6_50.

A pesar de que el porcentaje en macroporosidad es igual en ambas secciones, la moda difiere de un extremo a otro, siendo mayor el de la parte superior que el de la inferior. El tamaño de poro más abundante en el rango de la mesoporosidad es igual en ambos extremos.

Tabla IV.17. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio y difracción de rayos X del ensayo BT1,7_38.

BT1,7_38	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm	Espaciado (Å) ^(b)
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)	
SUPERIOR	1,48	29,9	25	73177	18	8	56	16,6
INFERIOR	1,47	31,4	26	43369	18	8	56	16,8

(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm. (b) Media ponderada de los espaciados obtenidos teniendo en cuenta la intensidad relativa de cada uno de ellos.

Los dos espaciados basales hallados en las secciones superior e inferior son: 15,8-17,8 y 16,0-19,4 Å, respectivamente. Dichos resultados muestran que en la sección inferior coexisten dos y tres capas de agua en la interlámina a diferencia de la sección superior en la que tan solo se encuentran espaciados correspondientes a dos capas de agua. En la Tabla IV.17 se muestra la media ponderada de los espaciados basales obtenidos en cada una de las secciones, y el menor espaciado basal obtenido en la parte superior corresponde a la sección de menor humedad.

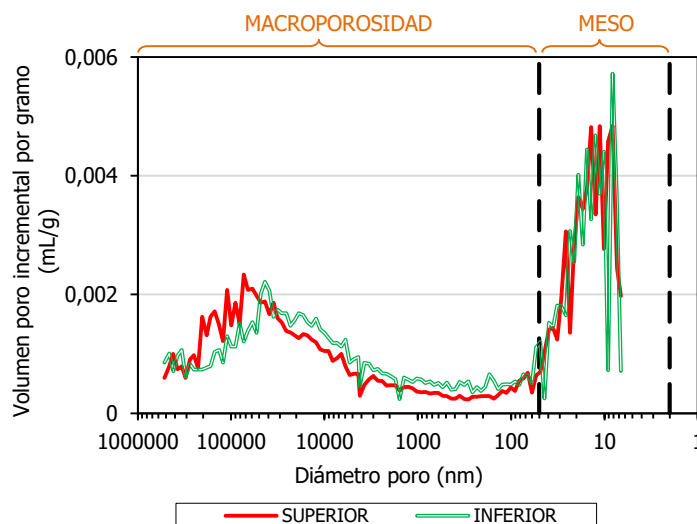


Figura IV.89. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior e inferior de la muestra tras el desmontaje del ensayo BT1,7_38.

IV. 13. Ensayo **BT1,7_50****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,03
Volumen molde (cm ³)	98,77	Sección (cm ²)	19,63
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,70	Humedad inicial (%)	14,0
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,69	Grado de saturación (%)	63
Presión de compactación (MPa)	35,3	Fecha de fabricación	27/02/13

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	553	26,5	1,62	107	0,6-1,2	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(b)	273	26,0	1,58	100	11,3	0,6	$1,3 \cdot 10^{-21}$	$4,1 \cdot 10^{-14}$	$2,3 \cdot 10^{-14}$
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
2º saturación	273	27,5	1,56	101	0,6-2,3	--	--	--	--
2º gas breakthrough	--	--	--	--	--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje				w Exterior (%)	w Interior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	S_r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,56±0,02	Por secciones	Superior	27,9	27,4	1,55	100
Peso seco final (g)	166,47		Media	26,5	26,7	1,58	102
			Inferior	28,4	27,9	1,55	102
Altura final (cm)	5,44	Humedad final (%) ^(b)		27,5±0,7		1,56	101

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,69 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 50 mm de diámetro y una altura inicial de 5,03 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 553 días, la densidad seca pasa a ser de $1,62 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 26,5 %.

Durante la **Fase 2**, el primer episodio de *breakthrough* tiene lugar con un valor de 11300 kPa en el que se registran dos tasas bien diferenciadas de flujo de gas. En la Figura IV.90 se observa una tasa inicial de flujo más elevada que pasa a disminuir a las pocas horas de haberse producido el episodio. Las permeabilidades describen trayectorias semejantes pero no exactamente iguales como de costumbre. Los valores más bajos obtenidos son $1,3 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ y $2,3 \cdot 10^{-14} \text{ m/s}$ (Tabla IV.18). A continuación, hubo un intento de realizar un segundo episodio que resultó no válido debido al pequeño pero significativo flujo de gas que prevalecía a través de la muestra.

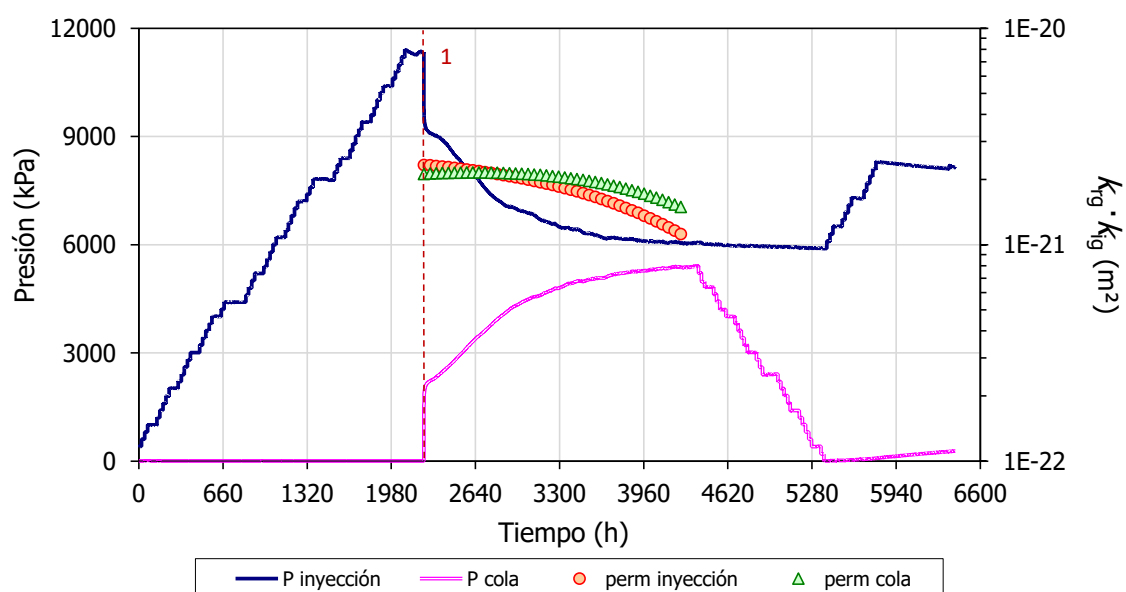


Figura IV.90. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo BT1,7_50.

Tabla IV.18. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en la Fase 2 del ensayo BT1,7_50.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(c) (m^2)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm^3)	w (%)	S_r (%)
2	1	2235	--	11300	--	600	$1,3 \cdot 10^{-21}$	1,58	26,0	100

^(a) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

El flujo de gas a través de la muestra se establece a los 6 días de haber realizado el último escalón (Figura IV.91a). Si se amplía el momento en el que sucede el episodio, se observa de manera más detallada ese cambio en la tasa de flujo de gas experimentado por la muestra (Figura IV.91b). En primer lugar se observa una caída más brusca que se suaviza transcurrida aproximadamente 1 h.

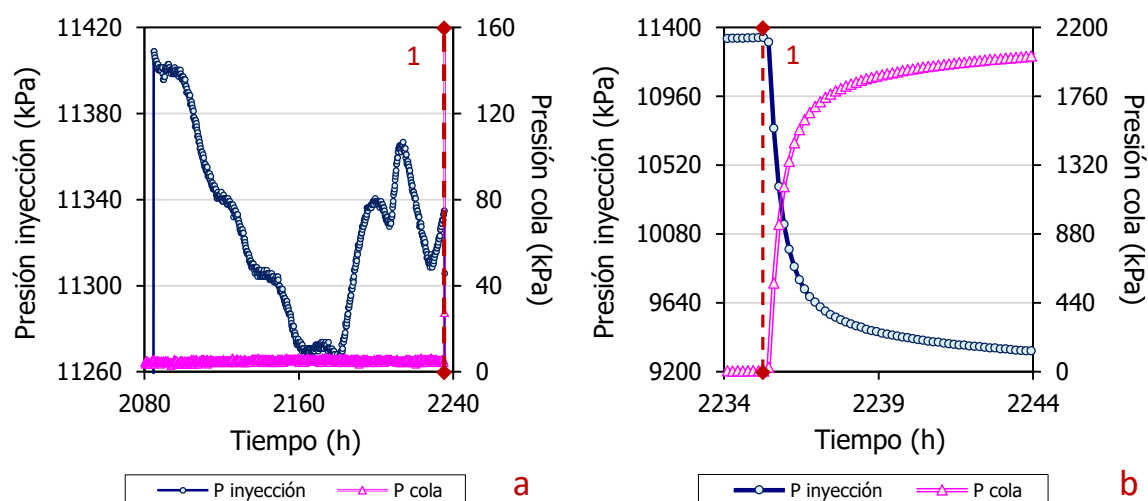


Figura IV.91. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,7_50. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

Aunque no se registre una entrada de gas previa a la muestra, como se verifica en escalones previos (Figura IV.92a,b), si se permite el tiempo suficiente, el gas es capaz de abrirse camino hasta alcanzar el otro extremo de la muestra.

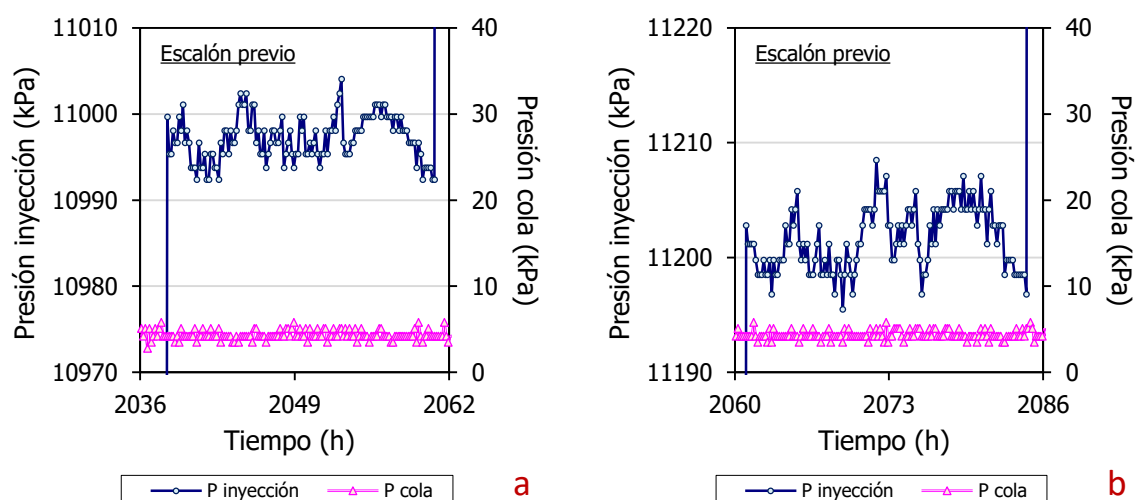


Figura IV.92. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,7_50. a), b) Escalones previos.

Antes de finalizar la **Fase 3** se mide la permeabilidad al agua de dicha muestra. Las condiciones establecidas en el ensayo junto con las permeabilidades obtenidas vienen reflejadas en la Tabla IV.19.

Tabla IV.19. Ensayo breakthrough: resultados del ensayo de permeabilidad al agua en la Fase 3 del ensayo BT1,7_50.

Carga hidráulica (kPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s)	k_{iw} (m ²)	Temperatura (°C)
1900	3525	$6,82 \cdot 10^{-14}$	$6,96 \cdot 10^{-21}$	22

Tras el desmontaje se comprueba la humedad y densidad seca en tres secciones (superior, media e inferior). La parte superior se encuentra ligeramente más seca (con un promedio de

27,7 %) que la parte inferior (con un promedio de 28,2 %), y no se observa ningún tipo de gradación en los valores de densidad seca obtenidos.

IV. 14. Ensayo **BT1,8_38****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	2,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	22,68	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,80	Humedad inicial (%)	15,3
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,79 ^(a)	Grado de saturación (%)	81 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	82,2	Fecha de fabricación	11/08/11

^(a) Sin comprobar.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	358	30,9	1,56	114	0,6-1,0	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(a)	137	30,3	1,54	108	8,6	4,1	--	--	--
					8,0	5,1	$3,7 \cdot 10^{-23}$	$1,7 \cdot 10^{-15}$	$2,9 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	271	32,3	1,54	115	0,6-0,7	--	--	--	--
2º gas breakthrough ^(a)	201	29,2	1,56	108	7,2	0,3	--	--	--
					7,1	0,4	--	--	--
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).**Desmontaje**

				w Exterior (%)	w Interior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	S_r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,52±0,01	Por secciones	Superior	28,9	28,9	1,53	102
Peso seco final (g)	40,57		Media	--	--	--	--
			Inferior	29,3	29,5	1,51	101
Altura final (cm)	2,37	Humedad final (%) ^(b)		29,2±0,3		1,52	101

^{(a), (b)} Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,79 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 2,00 cm. Esta muestra es representativa de las densidades secas más elevadas analizadas. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**) con una duración de 358 días, la densidad seca es de $1,56 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 30,9 %.

El comportamiento durante la **Fase 2** es semejante a la muestra BT1,7_38, donde el primer episodio sucede de manera instantánea y el segundo tiene lugar de manera gradual (Figura IV.93). Los valores de presión de *breakthrough* son de 8600 y 8000 kPa para el primero y segundo, respectivamente. Los valores de permeabilidad efectiva y al gas más bajos calculados en el segundo *breakthrough* son de $3,7 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$ y $2,9 \cdot 10^{-16} \text{ m/s}$, respectivamente.

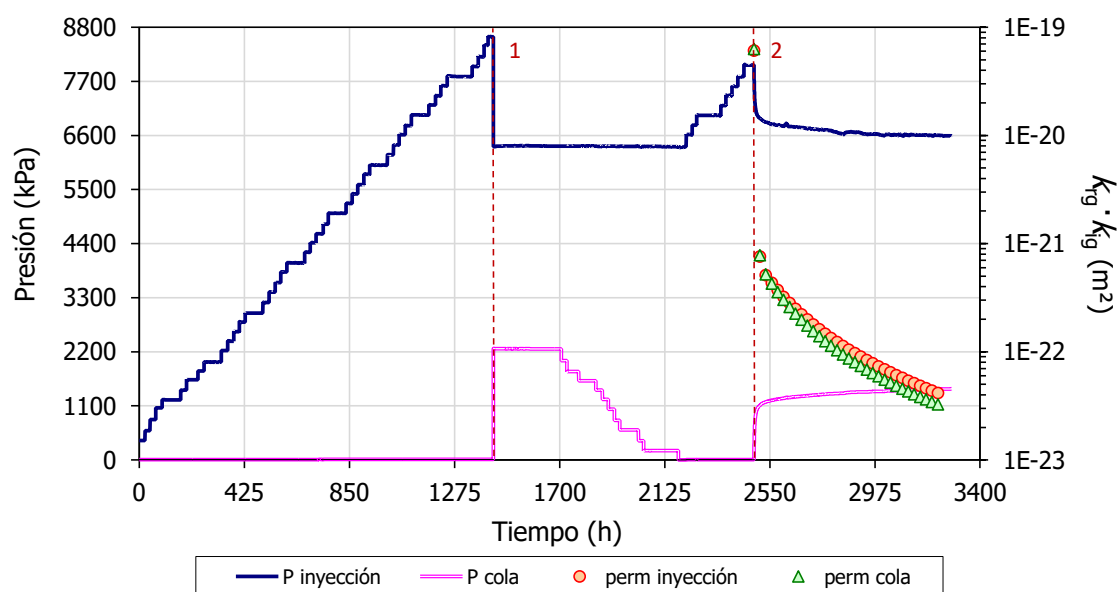


Figura IV.93. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,8_38.

Si se amplían los momentos en los que han tenido lugar ambos episodios (Figura IV.94a,b) se observa que en el primero de ellos, el flujo de gas se estabiliza a la media hora. La tasa de flujo inicial es de 9 kPa/min, y aumenta a partir de la siguiente medida a 171 kPa/min, para volver a disminuir en los siguientes 10 min (42 kPa/min). Dichas variaciones en la tasa de flujo de gas pueden reflejar una modificación en las trayectorias por las que circula el gas.

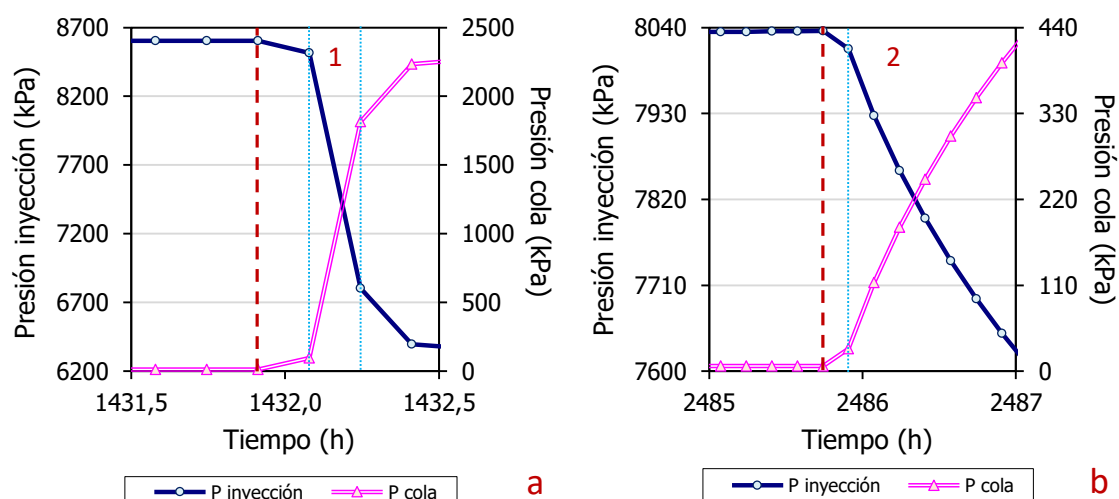


Figura IV.94. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,8_38.

Al ampliar el último escalón, se observa una entrada de gas previa en ambos episodios (Figura IV.95a,b). El volumen aproximado de gas que pasa a rellenar la estructura porosa antes del *breakthrough* es de $\sim 3,16$ y $\sim 2,62$ % con respecto a la porosidad total de la muestra para el primer y segundo episodio, respectivamente. A la tendencia general de caída de presión en el depósito de entrada se superponen las oscilaciones térmicas diarias del laboratorio.

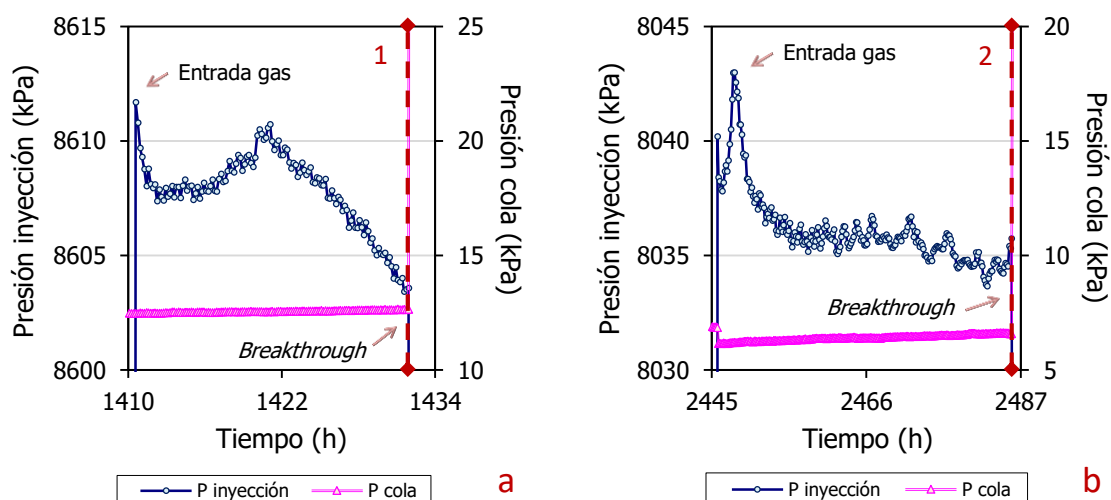


Figura IV.95. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,8_38.

Durante la **Fase 4**, los dos episodios de *breakthrough* suceden de manera instantánea, con valores de presión muy semejantes de 7200 y 7100 kPa (Figura IV.96). Al ampliar ambos momentos se observa que en el primero de ellos, el gas pasa en cuestión de 10 min con una tasa de 340 kPa/min (Figura IV.97a). En el segundo, incluido también dentro de los episodios instantáneos, el transporte de gas se estabiliza en cuestión de 20 min (Figura IV.97b). El flujo de gas durante los primeros 10 min es de 232 kPa, ligeramente superior al registrado a continuación, de 103 kPa/min.

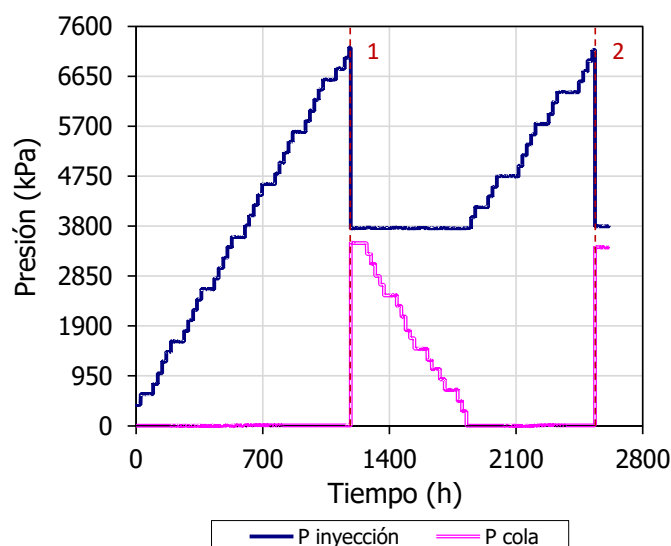


Figura IV.96. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 4 del ensayo BT1,8_38.

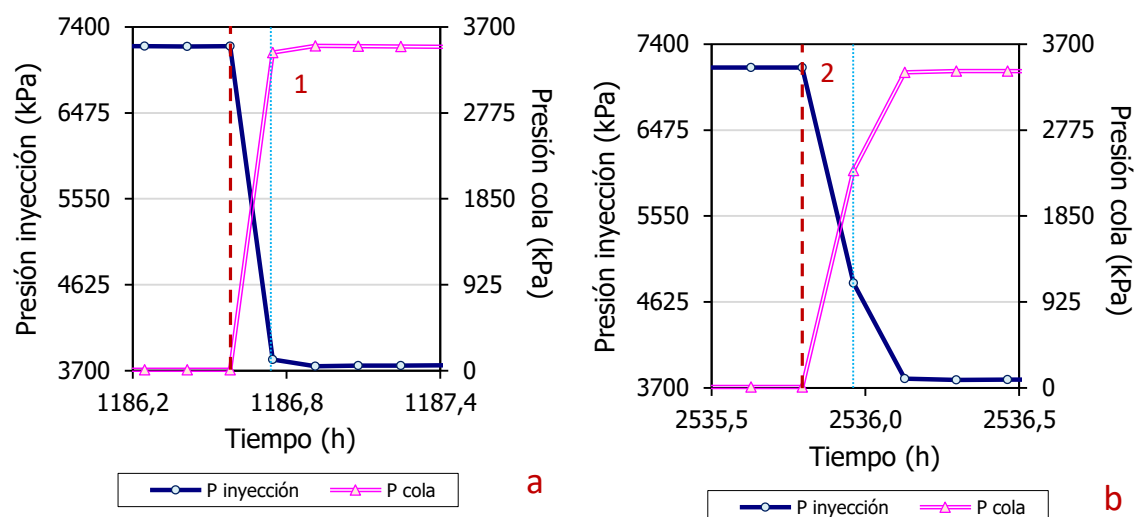


Figura IV.97. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,8_38.

Ambos episodios suceden a las horas (~ 20 h) de haber realizado el último escalón. En el primero de ellos se observa un desfase entre el momento que comienza a caer la presión en el depósito de entrada y el momento en el que se registra el aumento de presión en el depósitos de salida (Figura IV.98a). Durante ese periodo de tiempo (~ 20 h) se produce una entrada de gas a la muestra que rellena la porosidad existente con un volumen de 0,83 % con respecto a la porosidad total de la muestra. Sin embargo, en el segundo episodio no se observa dicho proceso de entrada de gas (Figura IV.98b).

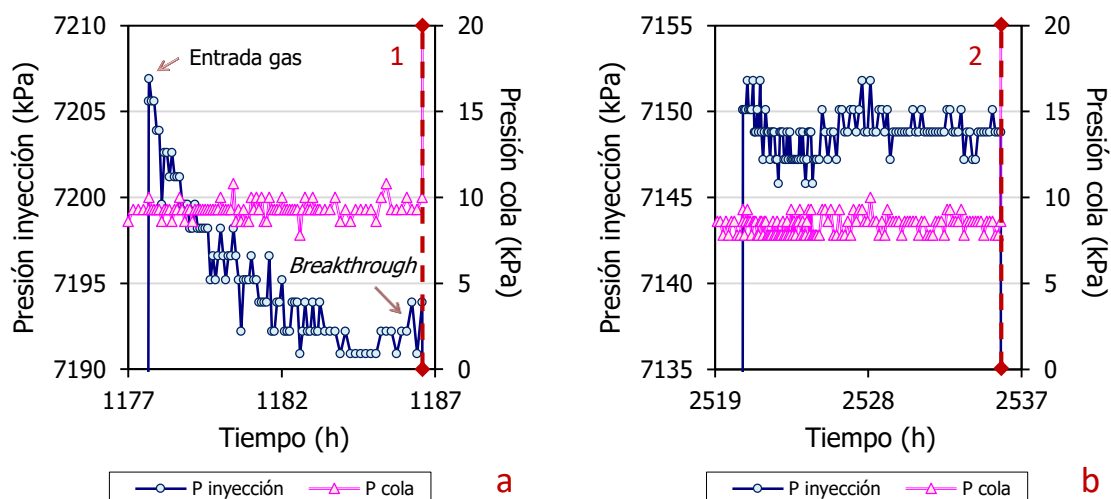


Figura IV.98. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo BT1,8_38.

Mientras el primer episodio de la **Fase 2** es instantáneo y el segundo gradual, en la **Fase 4** los dos episodios sucedidos son instantáneos (Figura IV.99, Tabla IV.20). Las presiones residuales más bajas corresponden con los episodios instantáneos sucedidos en la Fase 4.

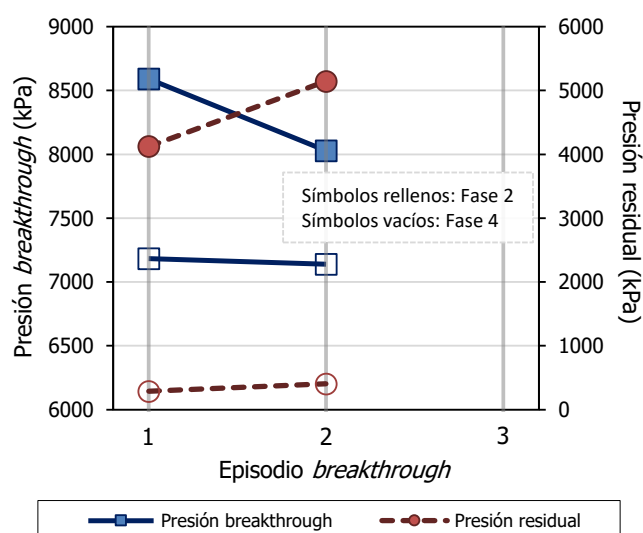


Figura IV.99. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,8_38.

Tabla IV.20. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo BT1,8_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	1432	3,16	8600	<1	4100	--	1,54	30,3	108
	2	779	2,62	8000	799	5100	$3,7 \cdot 10^{-23}$			
4	1	1187	0,83	7200	<1	300	--	1,56	29,2	108
	2	1261	--	7100	<1	400	--			

^(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

Tras el desmontaje la parte superior, por la que se inyecta el gas, se encuentran ligeramente más seca y densa (28,9 %, 1,53 g/cm³) que la inferior (29,4 %, 1,51 g/cm³). Sin embargo, las

humedades calculadas en la sección transversal (externa e interna) presentan valores semejantes próximos a 28,9 y 29,4 % para la zona superior e inferior, respectivamente.

Se tomaron dos porciones de muestra de los extremos superior e inferior para realizar porosimetría por intrusión de mercurio y difracción de rayos X (Tabla IV.21).

El porcentaje de macroporosidad es ligeramente superior al porcentaje de mesoporos en ambos extremos, pero el mayor número de poros se encuentra en el rango de la microporosidad (Tabla IV.21). Según la Figura IV.100, vuelve a aparecer una segunda familia en el rango de la macroporosidad, al igual que se ha visto en el ensayo BT1,6_50. A pesar de que el porcentaje de macroporos es semejante en ambas secciones, la moda de la zona superior es mucho mayor a la inferior debido a esa nueva familia de macroporos, con un diámetro de poro mucho mayor. Sin embargo, la moda en el rango de la mesoporosidad es semejante para ambos extremos.

Tabla IV.21. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio y difracción de rayos X del ensayo BT1,8_38.

BT1,8_38	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm	Espaciado (Å) ^(b)
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)	
SUPERIOR	1,53	28,9	29	183347	18	15	53	15,3
INFERIOR	1,51	29,5	24	81050	18	9	58	15,8

(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm. (b) Media ponderada de los espaciados obtenidos teniendo en cuenta la intensidad relativa de cada uno de ellos.

Los espaciados basales obtenidos son 15,3 Å para la sección superior y, 15,3 y 16,2 Å para la inferior. Por lo tanto, en ambas coexisten una y dos capas de agua en la interlámina. Al igual que sucedía en el resto de muestras en las que se ha determinado el espaciado basal, la sección superior, de menor humedad, presenta un espaciado basal más pequeño (Tabla IV.21).

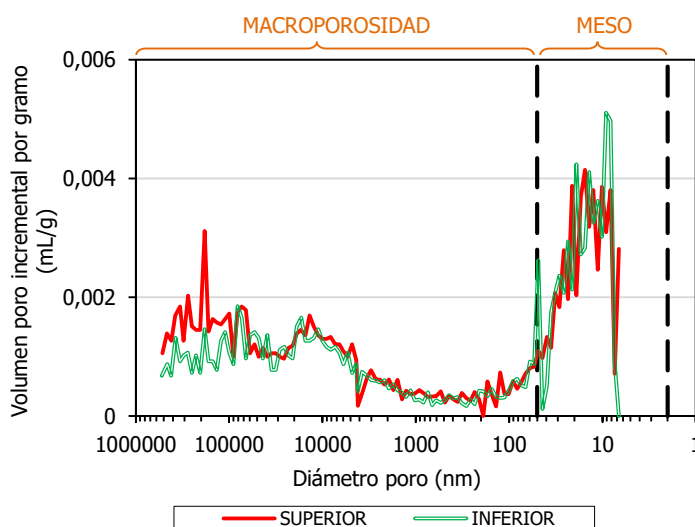


Figura IV.100. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior e inferior de la muestra tras el desmontaje del ensayo BT1,8_38.

IV. 15. Ensayo **BT1,8_50_h2****Fabricación**

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	2,05
Volumen molde (cm ³)	40,24	Sección (cm ²)	19,63
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,80	Humedad inicial (%)	13,5
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,75	Grado de saturación (%)	67
Presión de compactación (MPa)	43,4	Fecha de fabricación	22/04/14

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	300	29,7	1,60	116	0,6-1,0	--	--	--	--
Gas <i>breakthrough</i> ^(a)	161	28,3	1,54	102	8,0	0,1	--	--	--
					6,4	3,1	$1,7 \cdot 10^{-23}$	$6,4 \cdot 10^{-16}$	$1,2 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	261	32,2	1,47	104	0,6-2,2	--	--	--	--
2º gas <i>breakthrough</i>	--	--	--	--	--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm³) ^(a)	1,46±0,01	Humedad final (%) ^(b)	32,2±0,5	Por secciones	Superior	32,5	1,45	103
Peso seco final (g)	70,46	Altura final (cm)	2,44		Media	--	--	--
					Inferior	31,9	1,46	102

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,75 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 50 mm de diámetro y una altura inicial de 2,05 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 300 días, la densidad seca pasa a ser de $1,60 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 29,7 %.

En **Fase 2** tuvieron lugar dos episodios de *breakthrough* de 8000 y 6400 kPa. El primer episodio se produce de manera instantánea y el segundo, aunque experimenta un cambio brusco inicial, pasa a presentar un flujo de gas gradual transcurridos los primeros 20 min. Durante el segundo episodio es posible calcular valores de permeabilidad efectiva ($1,7 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$) y al gas ($1,2 \cdot 10^{-16} \text{ m/s}$) separándose sus trayectorias conforme avanza el ensayo y la diferencia de presión entre ambos depósitos cae.

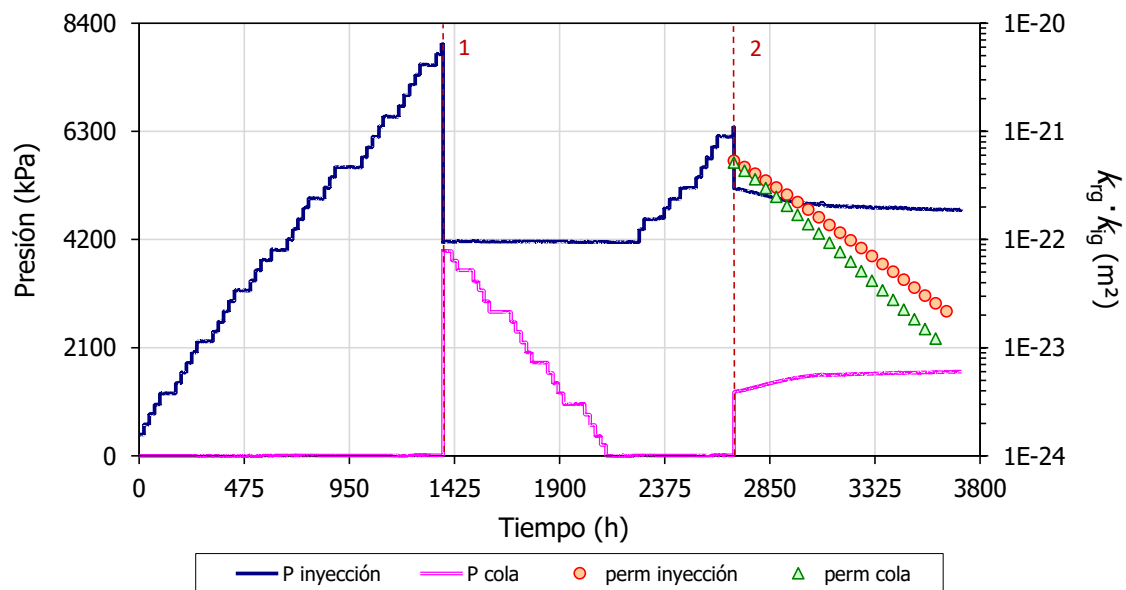


Figura IV.101. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo BT1,8_50_h2.

Ambos episodios de *breakthrough* experimentan un flujo de gas inicialmente alto y, en el caso del primero, llegando a la estabilización total en cuestión de 20 min (Figura IV.102a). En el segundo episodio aunque parece que la estabilización total se produce a la hora (Figura IV.102b), seguidamente se produce un flujo de gas gradual lo que hace pensar que las trayectorias de paso de gas no se encuentran completamente cerradas.

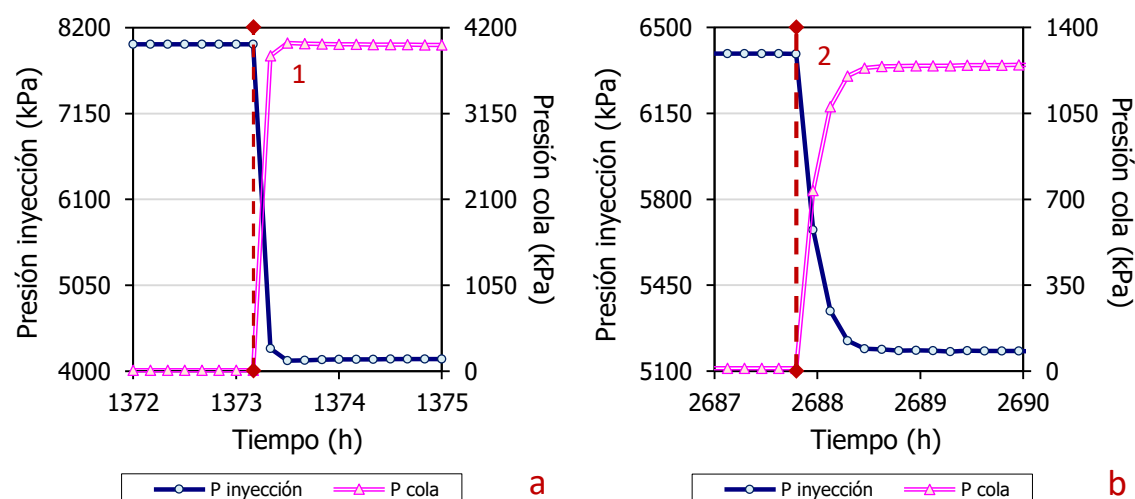


Figura IV.102. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,8_50_h2.

Al ampliar el último escalón realizado se observa que ambos registran una entrada de gas previa a la muestra antes de que se produzca el *breakthrough* (Figura IV.103). En el caso del primer episodio, la fracción de porosidad ocupada por gas antes del episodio es de $\sim 1,63\%$, menor que en el caso del segundo *breakthrough* con una fracción de $\sim 4,48\%$.

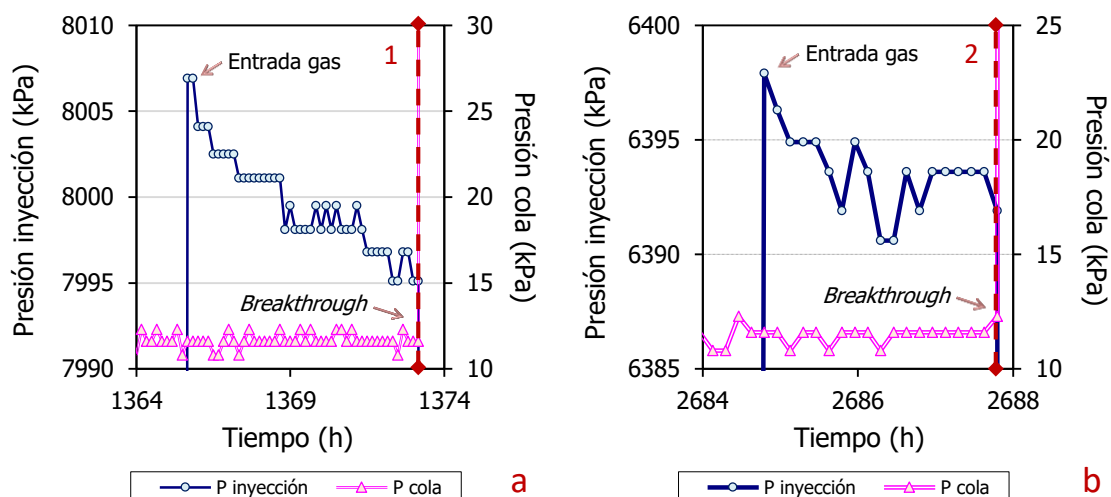


Figura IV.103. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo BT1,8_50_h2.

La presión residual tras el primer episodio de *breakthrough* es prácticamente igual a 0, lo que indicaría, como hemos visto en otros ejemplos, que las trayectorias de paso de gas permanecen abiertas (Figura IV.104, Tabla IV.22). Sin embargo, la anterior hipótesis se descarta por el elevado valor de presión de *breakthrough* alcanzado en el segundo episodio (6400 kPa). La explicación a dicho comportamiento se encuentra en el tipo de flujo de gas establecido a través de la muestra. Al ser instantáneo, toda la masa de gas pasa de un extremo a otro de manera rápida sin alterar las características iniciales de la bentonita.

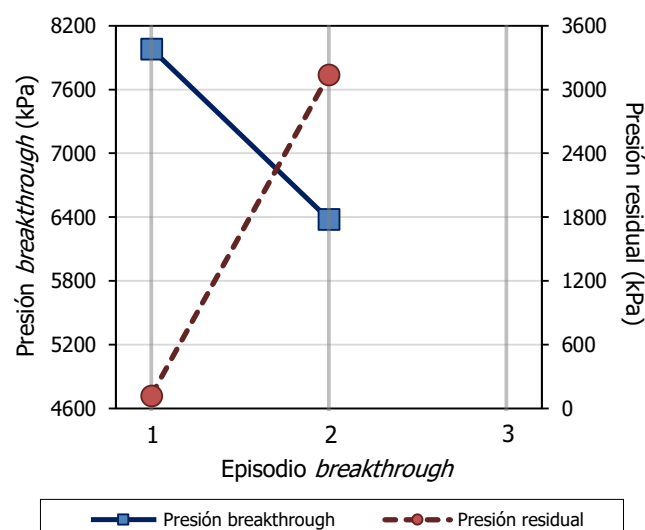


Figura IV.104. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 del ensayo BT1,8_50_h2.

Tabla IV.22. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en la Fase 2 del ensayo BT1,8_50_h2.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	1373	1,63	8000	<1	100	--	1,54	28,3	102
	2	1275	4,48	6400	1028	3100	$1,7 \cdot 10^{-23}$			

(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). (b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (c) Mínimo valor.

Tras la **Fase 3** se realiza un ensayo de permeabilidad al agua para calcular la conductividad hidráulica de dicha muestra. El valor promedio de permeabilidad al agua y las condiciones fijadas en los ensayos vienen reflejados en la Tabla IV.23.

Tabla IV.23. Ensayo breakthrough: resultados de los ensayos de permeabilidad al agua en la Fase 3 del ensayo BT1,8_50_h2.

Carga hidráulica (kPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s)	k_{iw} (m ²)	Temperatura (°C)
1600	7000	$8,78 \cdot 10^{-14}$	$8,95 \cdot 10^{-21}$	23

La densidad seca experimenta un notable descenso conforme avanzan los ensayos desde 1,75 g/cm³ hasta alcanzar un valor final de 1,46 g/cm³. La causa de dicho descenso se halla en la expansión de la bentonita durante los ensayos de saturación produciendo un aumento en la altura de la muestra. Las humedades analizadas en las secciones superior e inferior tras el desmontaje son semejantes entre sí, siendo ligeramente mayor la parte superior (32,5 %) que la inferior (31,9 %).

IV. 16. Ensayo **RT1,7_38** (CELDA RANURADA)

Fabricación

Muestra	FEBEX	Altura inicial (cm)	5,00
Volumen molde (cm ³)	56,75	Sección (cm ²)	11,34
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,70	Humedad inicial (%)	14,0
Densidad seca inicial (g/cm ³)	1,70	Grado de saturación (%)	64
Presión de compactación (MPa)	47	Fecha de fabricación	04/03/13

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	426	24,6	1,66	105	0,6-1,0	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(a)	220	24,4	1,61	98	15,8	10,1	$1,3 \cdot 10^{-21}$	$9,9 \cdot 10^{-14}$	$2,2 \cdot 10^{-14}$
					14,8	10,9	$1,6 \cdot 10^{-23}$	$1,5 \cdot 10^{-15}$	$1,6 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	83	25,2	1,63	103	0,6	--	--	--	--
2º gas breakthrough ^(a)	178	24,6	1,61	98	15,0	7,6	--	--	--
					11,7	9,7	$6,8 \cdot 10^{-23}$	$4,3 \cdot 10^{-15}$	$2,6 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje			w Interior (%)	w Interior (%)	w Exterior (%)	w Exterior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	ρ_d Exterior (g/cm ³)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,59±0,01	Superior	24,4	24,6	24,8	23,8	1,61	1,58
Peso seco final (g)	96,25	Media	24,4	24,3	24,6	23,7	1,56	1,62
		Inferior	25,6	24,7	25,3	25,3	1,58	1,56
Altura final (cm)	5,27	Humedad final (%) ^(b)	24,6±0,6				1,58	1,59

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

El principal objetivo perseguido con la celda ranurada (anillos concéntricos en su interior) era el de comprobar que el gas no se transportaba por la interfase entre la pared de la celda y la muestra. Se realizó un único ensayo con una muestra de elevada densidad seca. El procedimiento seguido fue igual al seguido en el resto de ensayos de *breakthrough*.

La celda de acero en la que se montó dicha muestra tiene acanaladuras en su pared interior, siguiendo el contorno circular de la celda, separadas a una distancia inferior a 3 mm. Este tipo de celda se diseñó con la intención de comprobar si el gas se desplaza a través de la interfase entre la muestra y la pared de la celda, lo que se verá dificultado al ser este camino rugoso. Tras su extracción, no se observaron marcas de las acanaladuras sobre la superficie de la muestra y tampoco quedó muestra adherida a la zona interna de la celda debido a que los surcos eran muy pequeños (Figura IV.105).

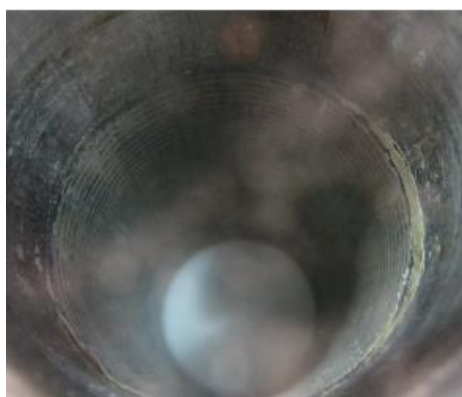


Figura IV.105. Ensayo *breakthrough*: vista de la zona interna de la celda anillada tras la extracción de la muestra RT1,7_38 (izquierda). Aspecto de la muestra tras su extracción (derecha).

Se trata de una muestra sin interfase (BT) con una densidad seca inicial de $1,70 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 5,00 cm. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**), con una duración de 426 días, la densidad seca fue de $1,66 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 24,6 %.

En la **Fase 2** suceden dos episodios de *breakthrough*, el primero con un valor de presión de 15800 kPa, y el segundo de 14800 kPa. En la Figura IV.106 se observa un periodo de tiempo, comprendido entre las 2300 y 4800 h, en el que no se aumenta la presión en el depósito de entrada. Alcanzados los 13000 kPa fue necesario reemplazar el sensor existente por uno de mayor rango de presión en el depósito de entrada para continuar aumentando la presión en dicho extremo. En ambos episodios es posible el cálculo de permeabilidades, dando como valores más bajos $1,3 \cdot 10^{-21}$ y $1,6 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$ para el primer y segundo episodio, respectivamente.

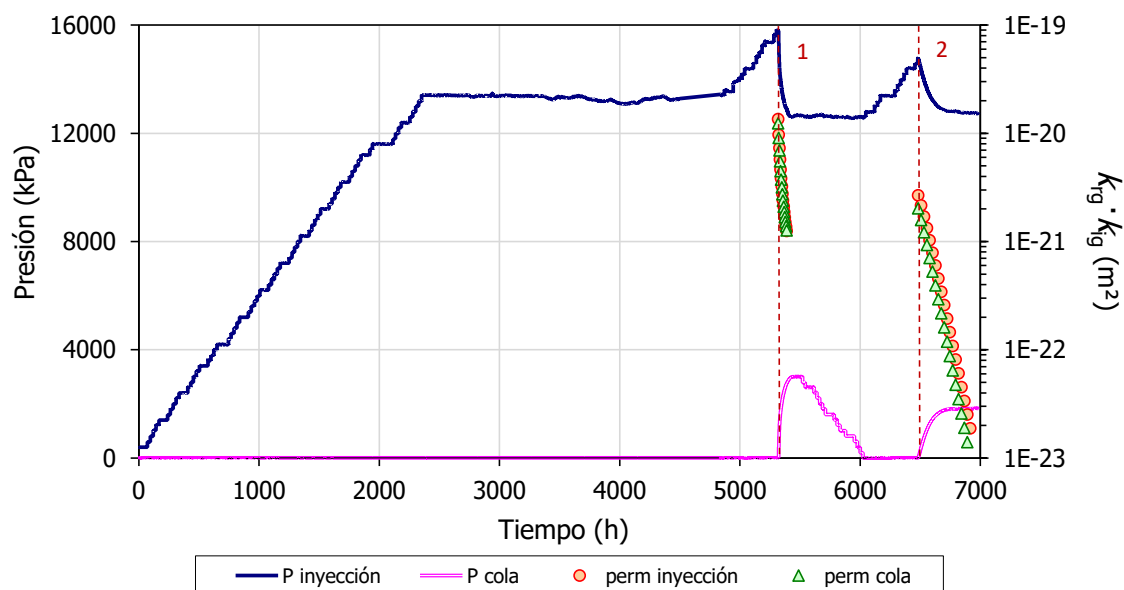


Figura IV.106. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo RT1,7_38.

En el primero de los episodios de *breakthrough* se observa un leve flujo de gas al inicio que pasa a aumentar considerablemente transcurrido un día aproximadamente (Figura IV.107a). El segundo episodio tiene lugar de manera constante y gradual desde el comienzo (Figura IV.107b).

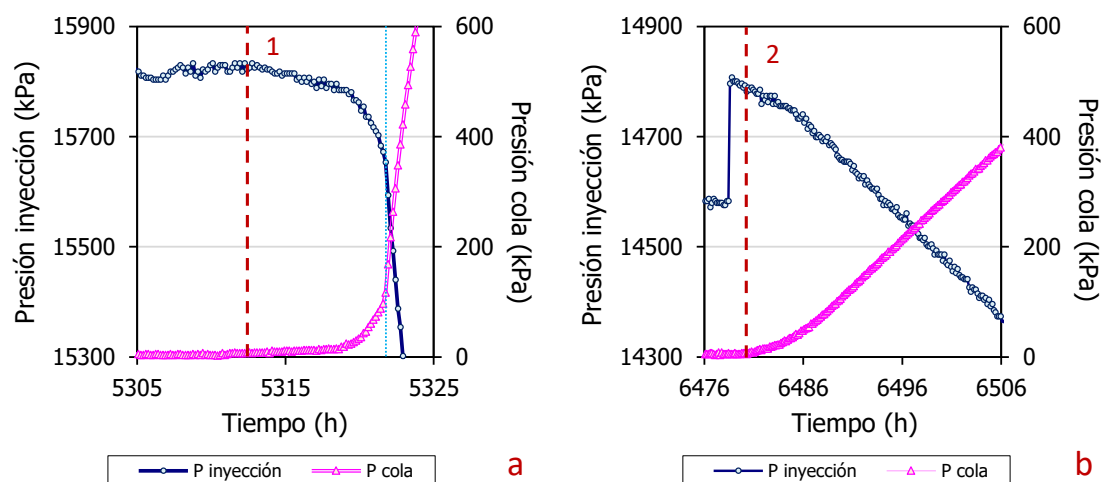


Figura IV.107. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo RT1,7_38.

Al ampliar el último escalón realizado en cada uno de los episodios (Figura IV.108a,b), solo se observa una entrada previa de gas en el segundo (Figura IV.108b). La fracción de porosidad ocupada por gas antes de que suceda el *breakthrough* es de ~0,35 %.

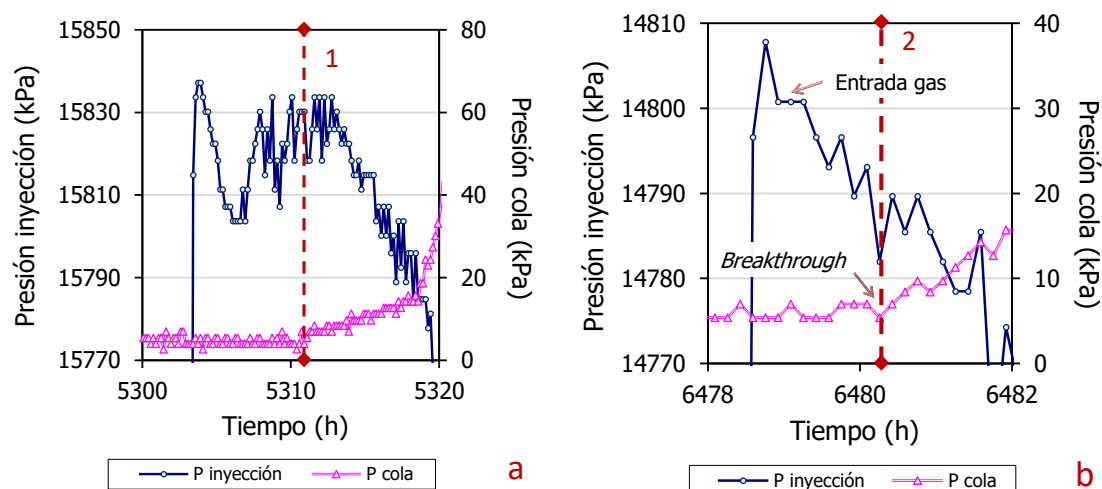


Figura IV.108. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo RT1,7_38.

En la **Fase 4** se realizan otros dos episodios de *breakthrough* en los que se obtienen presiones ligeramente más bajas que en la Fase 2, 15000 y 11700 kPa para el primer y segundo episodio, respectivamente (Figura IV.109). La pauta en el aumento de presión previa al primer *breakthrough* difiere del resto con un valor de 1000 kPa. Sin embargo, los escalones restantes son de 200 kPa.

En el primer *breakthrough* no ha sido posible el cálculo de permeabilidad por el breve periodo de tiempo en el que ha habido flujo de gas. Sin embargo, el segundo episodio se inicia con un flujo lento y gradual tras aproximadamente 8 días después de realiza el último escalón. Transcurrido un periodo de tiempo suficiente, el gas es capaz de abrirse camino a través de la muestra desde un extremo a otro sin que haya cambio inducido en las presiones de los depósitos. El valor de permeabilidad efectiva más bajo calculado para este episodio es de $6,8 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$.

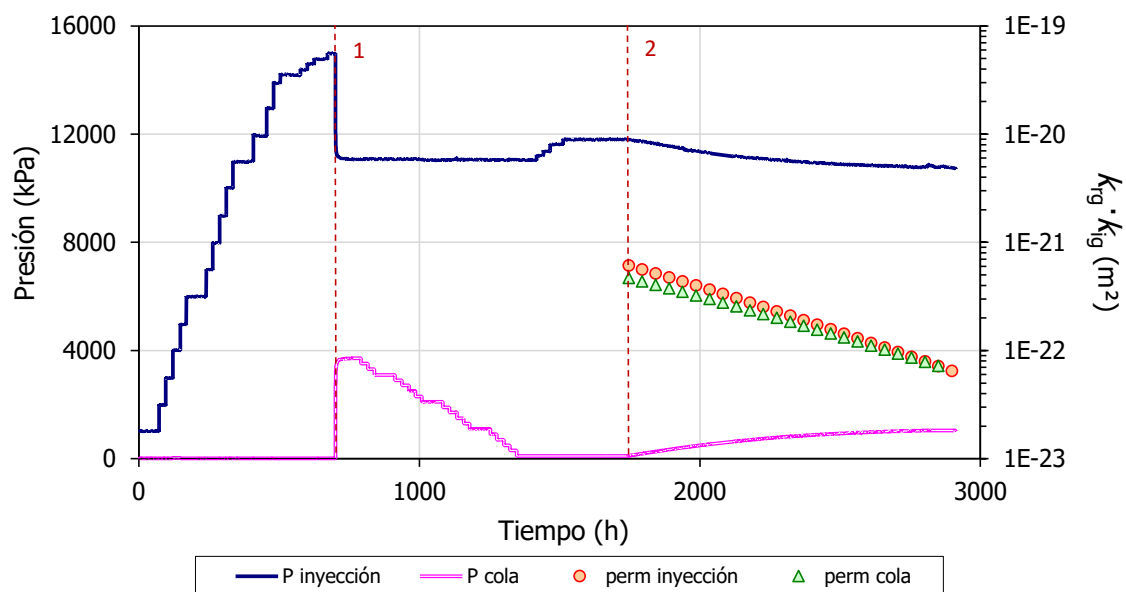


Figura IV.109. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo RT1,7_38.

En el primer episodio se establece un flujo elevado de gas tras el *breakthrough* que desciende a la hora (Figura IV.110a). En el segundo episodio, el flujo de gas establecido desde el comienzo tiene lugar de manera lenta y gradual (Figura IV.110b).

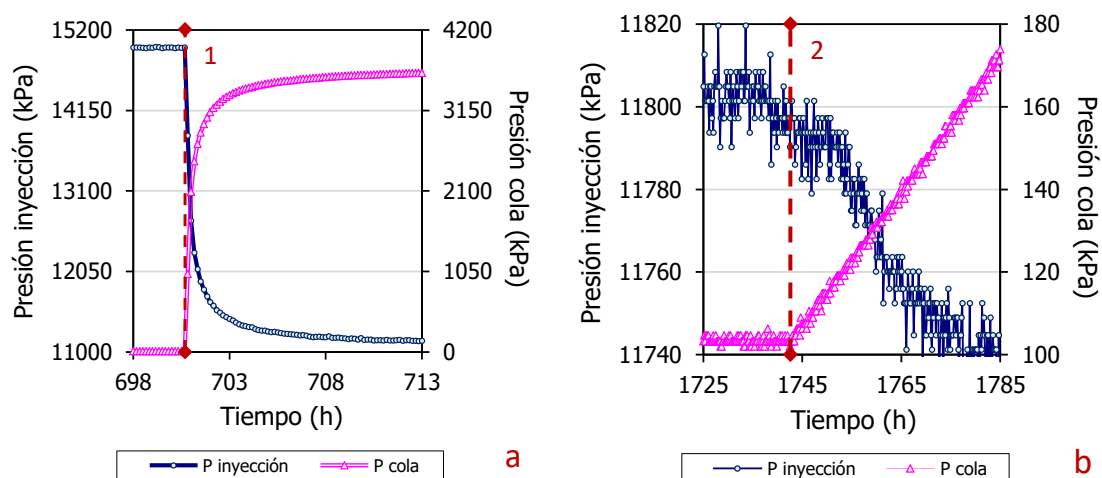


Figura IV.110. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo RT1,7_38.

Ambos episodios suceden a las horas de haberse realizado el último escalón y en ninguno de ellos se registra una entrada de gas previa a la muestra. Sin embargo, en los escalones previos al primer episodio se registra una entrada de gas (Figura IV.111a,b), el volumen de gas que pasa a ocupar el espacio poroso es de $\sim 1,88$ % con respecto a la porosidad total de la muestra.

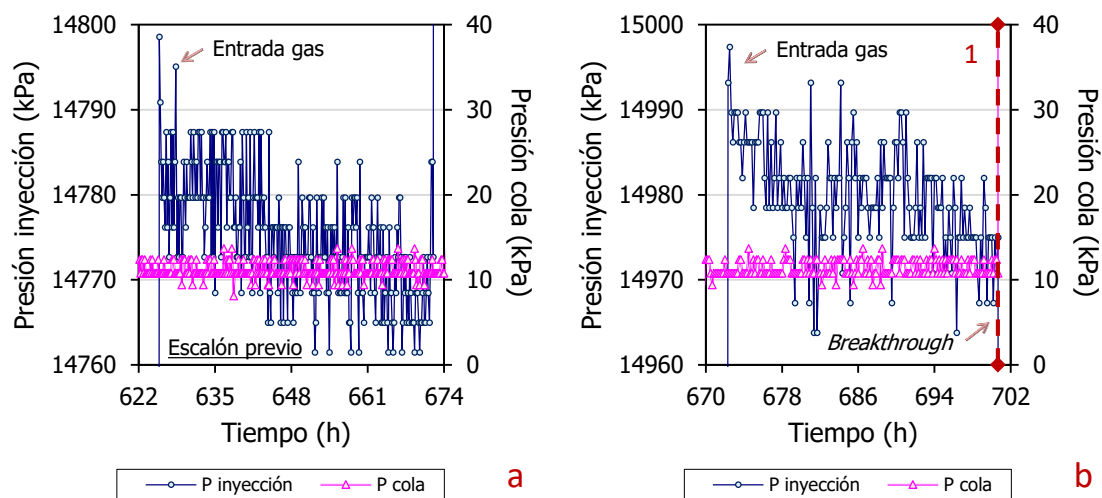


Figura IV.111. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al primer episodio de breakthrough en la Fase 4 del ensayo RT1,7_38. a) Escalón previo, b) último escalón.

En esta muestra los valores de presión de *breakthrough* obtenidos de la **Fase 2** son superiores a los de la **Fase 4** (Figura IV.112, Tabla IV.24). Los primeros episodios son semejantes entre sí, a pesar de la diferente pauta seguida en el aumento de presión en cada uno de ellos, 200 y 1000 kPa, respectivamente. Las presiones residuales parecen ser superiores cuanto mayor es el valor de *breakthrough*, aunque también tienden a aumentar en los segundos episodios a pesar de que los valores de *breakthrough* son inferiores a los primeros.

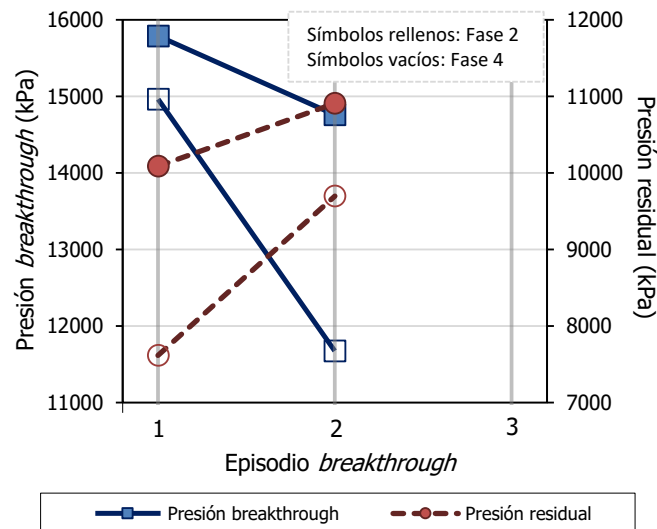


Figura IV.112. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo RT1,7_38.

Tabla IV.24. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo RT1,7_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(b) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(c) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(d) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	2755	--	15800	73	10100	$1,3 \cdot 10^{-21}$	1,61	24,4	98
	2	962	0,35	14800	501	10900	$1,6 \cdot 10^{-23}$			
4 ^(a)	1	701	1,88	15000	7	7600	--	1,61	24,6	98
	2	913	--	11700	1166	9700	$6,8 \cdot 10^{-23}$			

(a) Fase piloto. (b) Tiempo previo al breakthrough (BT). (c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. (d) Mínimo valor.

En cuanto a los valores de permeabilidad efectiva, todos ellos disminuyen conforme disminuye la diferencia de presión entre ambos depósitos. La tendencia de descenso es más suave en el primer episodio de breakthrough de la Fase 2 y más pronunciada en los segundos episodios (Figura IV.113).

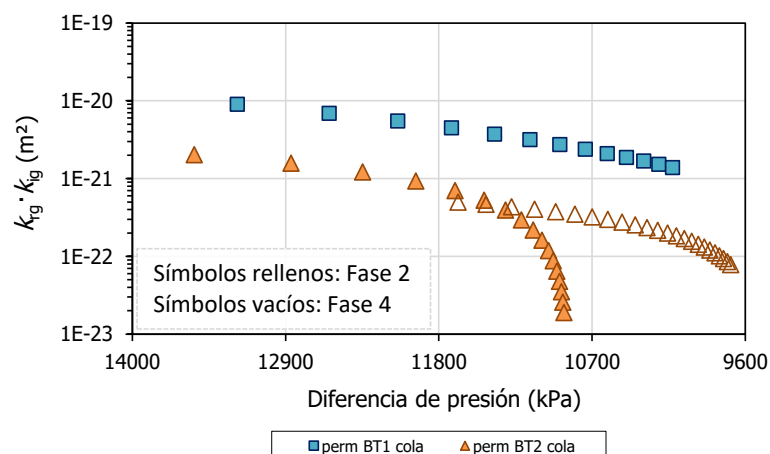


Figura IV.113. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo RT1,7_38 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje se calcularon densidades de la parte externa e interna de la muestra sin observar ninguna gradación, ambas en torno a un valor de 1,59 g/cm³. En cuanto a la humedad, la parte superior se encuentra ligeramente más seca y densa (con un promedio de 24,4 % y 1,60 g/cm³) que la inferior (con un promedio de 25,2 % y 1,57 g/cm³).

Además, se han realizado porosimetrías tomando dos porciones de bentonita pertenecientes a la zona externa (en contacto con la celda) e interna de la parte superior para evaluar posibles cambios en la estructura interna entre esas dos zonas.

Ambas secciones presentaron dos familias de poros bien diferenciadas, una en el rango de macroporosidad y otra en el de mesoporosidad (Figura IV.114). En ambas secciones, el porcentaje en microporosidad representa más de la mitad de la porosidad existente en la muestra. En la Tabla IV.25 se observa que los porcentajes de la macro, meso y microporosidad son semejantes en ambas secciones, al igual que sus respectivas modas.

Tabla IV.25. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio del ensayo RT1,7_38.

RT1,7_38	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(b) (%)
SUP ^(a) /EXT ^(a)	1,58	24,8	27	15245	23	11	51
SUP/INT ^(a)	1,61	24,4	30	13737	23	15	47

(a) SUP (superior), EXT (externa) e INT (interna). (b) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

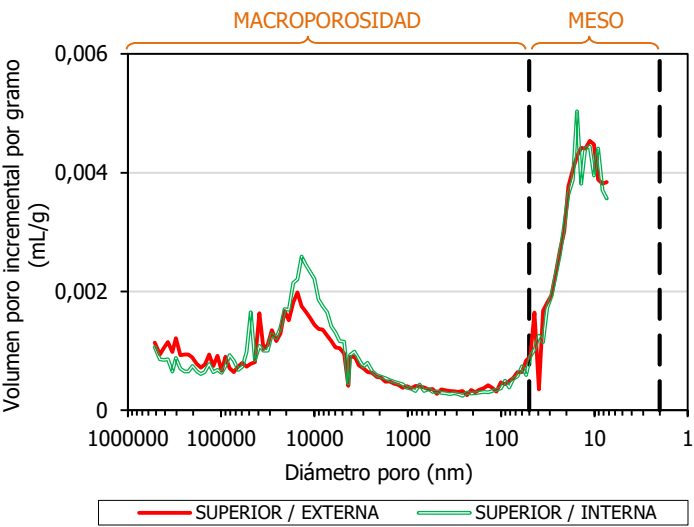


Figura IV.114. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior, externa e interna de la muestra tras el desmontaje del ensayo RT1,7_38.

Anexo V. Ensayos de *breakthrough* en muestras de bentonita FEBEX con interfase

En el siguiente anexo se incluyen los resultados de los ensayos de *breakthrough* en muestras de bentonita FEBEX con interfase realizados en las instalaciones del Ciemat.

Las **referencias** de los ensayos se construyen de la misma manera que los ensayos sin interfase (Anexo IV).

La **ficha**, **gráficos** y **tablas** que se muestran en cada uno de los ensayos son semejantes a los incluidos en los ensayos sin interfase (Anexo IV).

V. 1. Ensayo JB1,6_38	A.152
V. 2. Ensayo JB1,7_38	A.159
V. 3. Ensayo JB1,8_38	A.165
V. 4. Ensayo JB1,8_50	A.171
V. 5. Ensayo JB1,9_38	A.179

V. 1. Ensayo JB1,6_38

Fabricación		Muestra	FEBEX
Sección (cm ²)	11,34	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	56,71	Humedad inicial (%)	15,1
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,60	Densidad seca inicial ^(b) (g/cm ³)	1,24 ^(a)
Densidad seca tras compactación (g/cm ³)	1,58 ^(a)	Grado de saturación (%)	35 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	23,5	Fecha de fabricación	31/07/12

^(a) Sin comprobar.^(b) Densidad seca inicial de las dos secciones juntas tras haber realizado el corte longitudinal.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S _r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	197	38,6	1,39	110	0,2	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(a)	137	38,2	1,38	108	1,6	0,6	$2,0 \cdot 10^{-21}$	$1,4 \cdot 10^{-14}$	$1,6 \cdot 10^{-15}$
					1,2	0,6	$2,5 \cdot 10^{-21}$	$1,4 \cdot 10^{-14}$	$2,9 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	639	37,1	1,40	108	1,0	--	--	--	--
2º gas breakthrough ^(a)	28	34,8	1,39	100	2,0	0,8	--	--	--
					1,6	0,1	$2,8 \cdot 10^{-20}$	$1,5 \cdot 10^{-13}$	$1,3 \cdot 10^{-13}$
					--	--	--	--	--

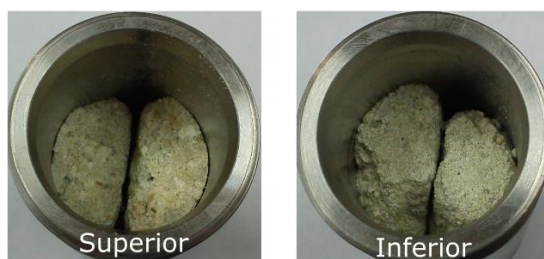
^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje				w Interior (%)	w Exterior (%)	w Exterior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	ρ_d Exterior (g/cm ³)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,39±0,01	Por secciones	Superior	36,6	34,5	33,8	1,38	1,40
Peso seco final (g)	70,09		Media	--	--	--	--	--
			Inferior	35,4	34,1	34,6	1,38	1,41
Altura final (cm)	4,49	Humedad final (%) ^(b)		34,8±1,0			1,38	1,41

^{(a), (b)} Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra con interfase (JB) ensayada en celda de 38 mm de diámetro. No dispone de densidad seca inicial comprobada. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**) con una duración de 197 días, la densidad seca pasa a ser de $1,39 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 38,6 %. En la Figura V.1 se observa que la superficie inicial irregular entre bloques desaparece completamente tras el primer ensayo de saturación.

Tras corte de las dos secciones



Tras primer ensayo de saturación (Fase 1)

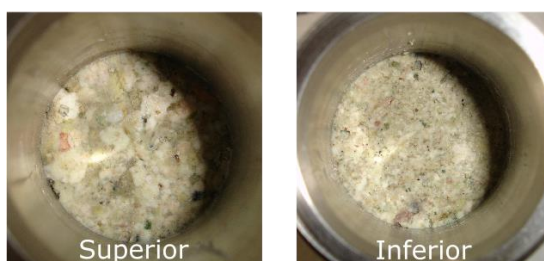


Figura V.1. Ensayo breakthrough: vista de la muestra JB1,6_38 tras introducir las dos secciones cortadas en el interior de la celda de la etapa de montaje (imágenes superiores) y aspecto de ambos extremos tras el primer ensayo de saturación (imágenes inferiores).

En la Figura V.2 se muestran los dos episodios de *breakthrough* acontecidos durante la **Fase 2** que tienen lugar a unas presiones de 1600 y 1200 kPa. En ambos es posible el cálculo de permeabilidades efectivas y al gas, y los valores más bajos calculados son de $2,0 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ y $2,9 \cdot 10^{-16} \text{ m/s}$, respectivamente.

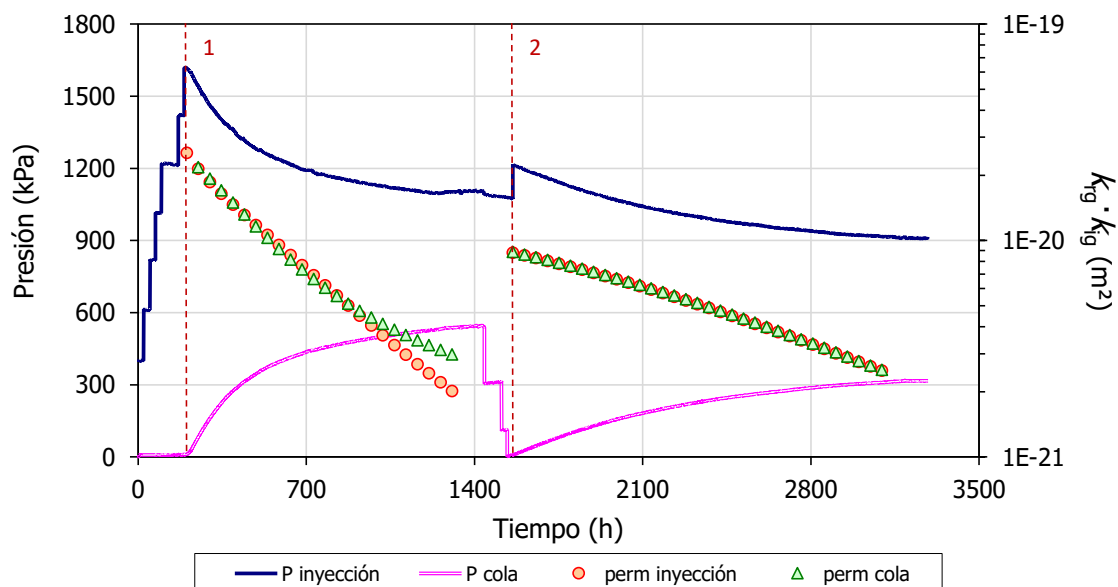


Figura V.2. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo JB1,6_38.

Ambos episodios de *breakthrough* presentan un flujo de gas gradual de manera simétrica en ambos depósitos. En el primero de ellos el flujo de gas es ligeramente más rápido (Figura V.3a) que en el segundo (Figura V.3b) aunque ambos se consideran episodios graduales.

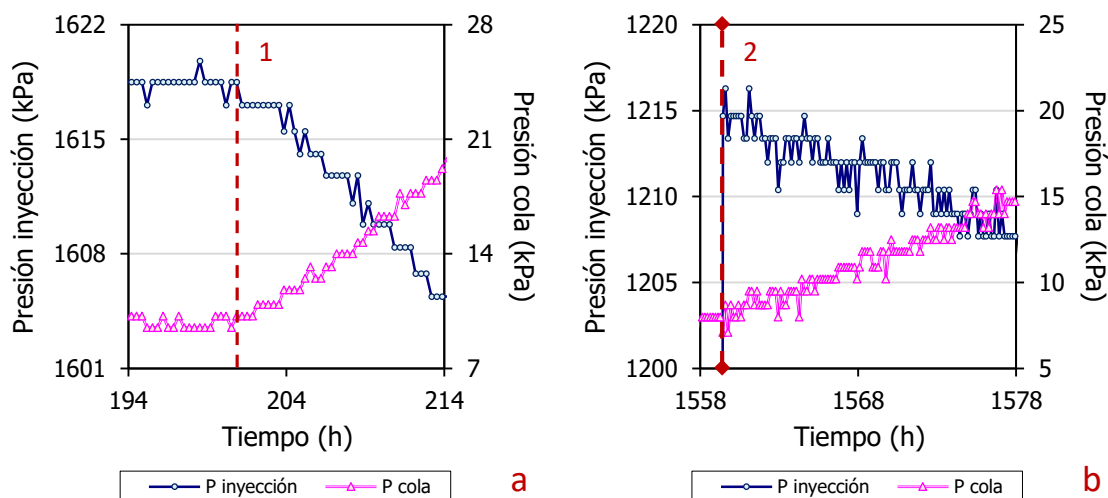


Figura V.3. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo JB1,6_38.

El primer episodio sucede a las 9 h aproximadamente de haber realizado el último escalón y no se registra una entrada de gas previa (Figura V.4a). Sin embargo, el segundo tiene lugar al momento después de haber aumentado la presión en el depósito de entrada (Figura V.4b). Ese paso instantáneo de gas sucede porque previamente ya había un flujo de gas leve a través de la muestra. Tras la Fase 2, la densidad seca y la humedad se mantuvieron prácticamente constantes con un valor de 1,38 g/cm³ y 38,2 %, respectivamente.

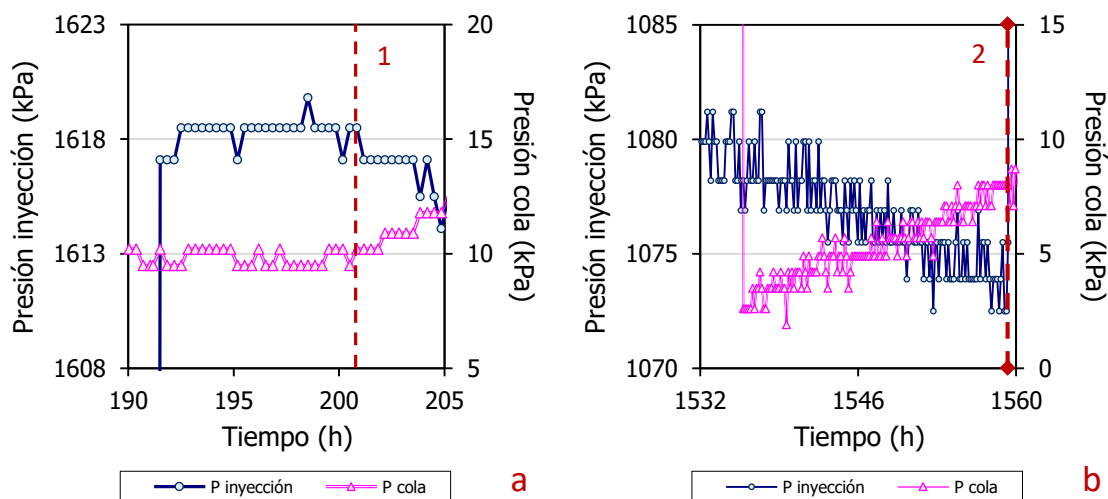


Figura V.4. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo JB1,6_38.

Tras la **Fase 3** de resaturación (639 días) se realizan una serie de medidas de permeabilidad al agua dando como resultado una densidad seca de 1,40 g/cm³ y una humedad de 37,1 %. El valor promedio, teniendo en cuenta el conjunto de permeabilidades obtenidas, viene reflejado en la Tabla V.1 junto con las condiciones fijadas en los ensayos.

Tabla V.1. Ensayo breakthrough: resultados de los ensayos de permeabilidad al agua en la Fase 3 del ensayo JB1,6_38.

Carga hidráulica (kPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s) ^(a)	k_{iw} (m ²) ^(a)	Temperatura (°C)
400-800	900-1800	$1,70 \cdot 10^{-13}$	$1,73 \cdot 10^{-20}$	23

(a) Valor promedio del conjunto de permeabilidades al agua obtenidas.

En la **Fase 4** (Figura V.5), el primer episodio tiene lugar a 2000 kPa y sucede de manera instantánea por lo que no es posible calcular permeabilidades. El segundo, con un valor de presión ligeramente inferior, 1600 kPa, sucede prácticamente de manera instantánea pero, tras ese primer descenso brusco, se registra un flujo de gas a través de la muestra gradual que permite el cálculo de la permeabilidad efectiva y al gas con valores de $2,8 \cdot 10^{-20}$ m² y $1,3 \cdot 10^{-13}$ m/s, respectivamente.

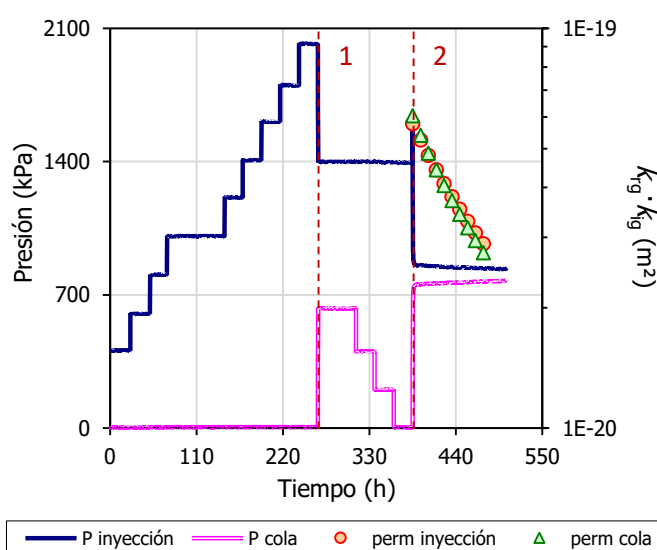


Figura V.5. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo JB1,6_38.

El flujo de gas establecido durante el primer episodio de *breakthrough* cesa a la media hora, con una tasa inicial de 57 kPa/min que transcurridos 20 min disminuye a 5 kPa/min (Figura V.6a). El segundo episodio sucede en el momento en el que se sube la presión en el depósito de entrada (Figura V.6b). Durante los primeros 20 min se registra una tasa de flujo de gas de 60 kPa/min que va disminuyendo gradualmente hasta su completo cese.

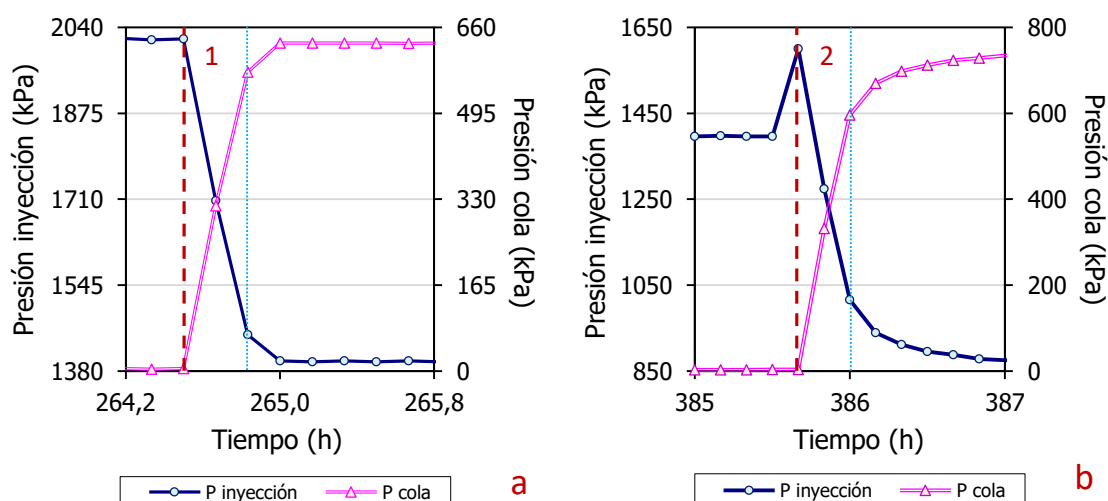


Figura V.6. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,6_38.

El primer episodio sucede a las 22 h de haber realizado el último escalón (Figura V.7a), a diferencia del segundo que tiene lugar en el momento en el que se sube la presión en el depósito de entrada después de haber bajado prácticamente a 0 el depósito de salida (Figura V.7b). Aunque en el segundo episodio se hubiera esperado una entrada de gas previa por la inmediatez de paso de gas tras realizar el último escalón, no sucede así en ninguno de los dos episodios.

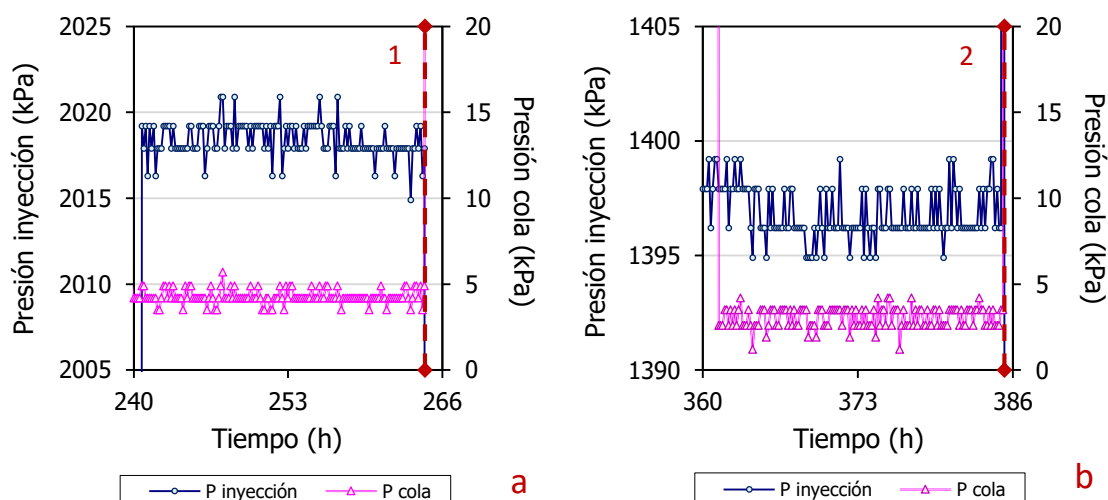


Figura V.7. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,6_38.

Los valores de presión obtenidos en los episodios de la **Fase 4** son superiores a los de la **Fase 2**, siendo siempre los segundos inferiores a los primeros (Figura V.8, Tabla V.2). En cuanto a las presiones residuales son semejantes en la Fase 2 con un valor próximo a 600 kPa. En el primer episodio de la Fase 4, a diferencia de otros episodios instantáneos, la presión residual es más elevada y, sin embargo, la asociada al segundo episodio es próxima a 0.

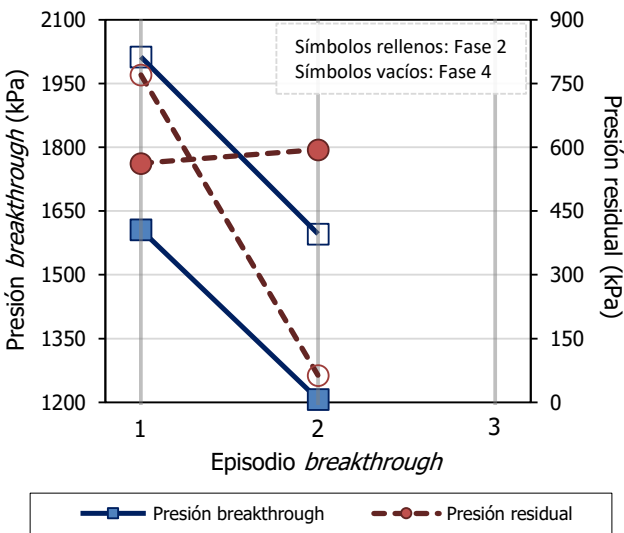


Figura V.8. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,6_38.

Tabla V.2. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,6_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n _{gas} /n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2	1	202	--	1600	1205	600	2,0·10 ⁻²¹	1,38	38,2	108
	2	119	--	1200	1537	600	2,5·10 ⁻²¹			
4	1	264	--	2000	<1	800	--	1,39	34,8	100
	2	72	--	1600	100	100	2,8·10 ⁻²⁰			

^(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

Las permeabilidades efectivas van disminuyendo conforme la diferencia de presión se hace más pequeña entre depósitos (Figura V.9). Las tendencias de decrecimiento son más bien tendidas en los episodios de la Fase 2. Sin embargo, las permeabilidades calculadas en la Fase 4 presentan una disminución más abrupta probablemente debido a una tasa de flujo de gas más elevada debido a una conexión más consistente de las trayectorias de paso de gas.

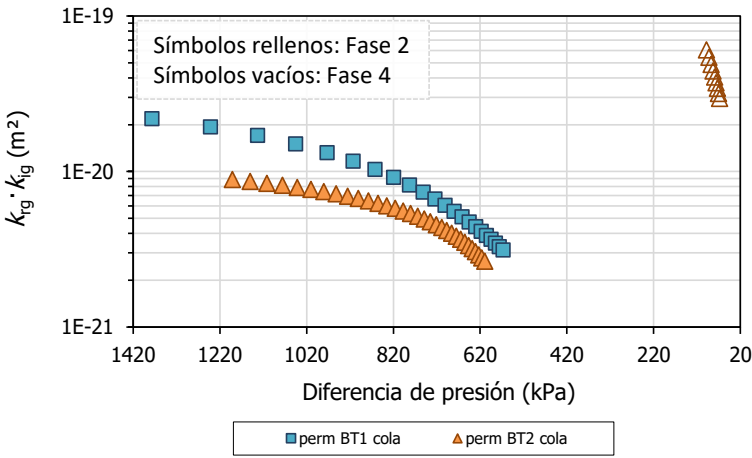


Figura V.9. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,6_38 (representado en el sentido del ensayo).

En dicha muestra se realizan medidas de humedad en la zona externa e interna (correspondiente a la junta) dando valores medios de 34,3 y 36,0 %, respectivamente. La zona de junta se encuentra ligeramente más húmeda (35,4 %) y menos densa (1,38 g/cm³) con respecto a la externa de 34,1 % y 1,41 g/cm³, respectivamente.

Para analizar de una manera más detallada la zona externa e interna se realizan porosimetrías en ambas zonas de los extremos superior e inferior de la muestra. En esta muestra volvemos a la situación en la que la suma de la macro y mesoporosidad es superior a la microporosidad debido a la disminución en la densidad seca (Figura V.10). La macro, meso y microporosidad presentan porcentajes semejantes en todas las secciones analizadas (Tabla V.3). Si se compara la parte externa e interna de la sección superior no se observan diferencias significativas entre ellas. En el caso de las partes externa e interna de la sección inferior son muy parecidas también excepto en la moda del rango de la macroporosidad, la cual es superior en el caso de la parte interna.

Al comparar ambas secciones (superior e inferior) se observa una clara diferencia en el valor de la moda en el rango de macroporosidad debido a la nueva familia de poros creada en dicho rango. En el extremo superior el valor es mucho más elevado que en el inferior. A su vez, comparando el extremo inferior, la zona de junta presenta un valor de moda más grande que en el extremo en contacto con la celda.

Tabla V.3. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio del ensayo JB1,6_38.

JB1,6_38	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(b) (%)
SUP ^(a) /EXT ^(a)	1,40	34,5	47	412818	16	15	37
SUP/INT ^(a)	1,38	36,6	52	455433	15	15	33
INF ^(a) /EXT	1,41	34,1	46	18783	16	15	38
INF/INF ^(a)	1,38	35,4	51	35144	16	12	33

(a) SUP (superior), INF (inferior), EXT (externa) e INT (interna). (b) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

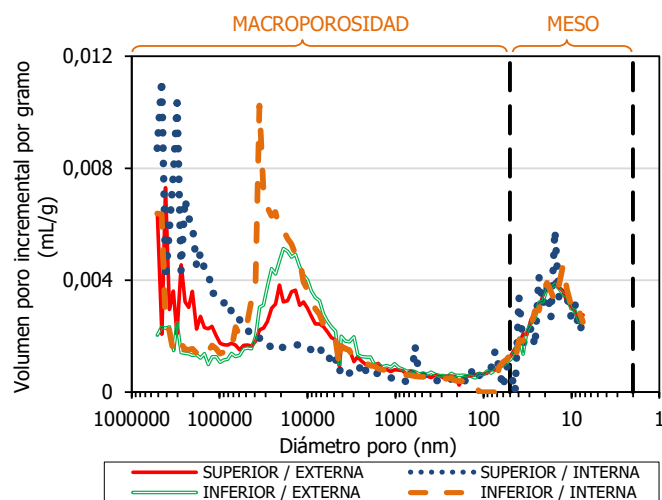


Figura V.10. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior, inferior, externa e interna de la muestra tras el desmontaje del ensayo JB1,6_38.

V. 2. Ensayo JB1,7_38

Fabricación		Muestra	FEBEX
Sección (cm ²)	11,34	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	56,71	Humedad inicial (%)	13,7
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,70	Densidad seca inicial ^(b) (g/cm ³)	1,49 ^(a)
Densidad seca tras compactación (g/cm ³)	1,70 ^(a)	Grado de saturación (%)	45 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	35,2	Fecha de fabricación	13/04/11

^(a) Sin comprobar.^(b) Densidad seca inicial de las dos secciones juntas tras haber realizado el corte longitudinal.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S _r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	167	35,8	--	--	0,2-0,8	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(a)	124	34,9	1,39	100	2,7	0,5	$5,0 \cdot 10^{-21}$	$5,1 \cdot 10^{-14}$	$3,4 \cdot 10^{-14}$
					1,4	1,3	$6,2 \cdot 10^{-22}$	$5,8 \cdot 10^{-15}$	$5,8 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	168	36,5	1,41	108	0,4-0,6	--	--	--	--
2º gas breakthrough ^(a)	131	34,6	1,42	103	2,8	1,0	$9,0 \cdot 10^{-22}$	$1,1 \cdot 10^{-14}$	$4,9 \cdot 10^{-15}$
					2,0	1,2	$1,7 \cdot 10^{-21}$	$1,6 \cdot 10^{-14}$	$5,1 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm ³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,39±0,03	Humedad final (%) ^(b)	34,6±1,3	Por secciones	Superior	34,2	1,39	98
Peso seco final (g)	84,47	Altura final (cm)	5,31		Media	33,7	1,42	101
					Inferior	36,0	1,36	99

^(a), ^(b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra con interfase (JB) ensayada en celda de 38 mm de diámetro. No se dispone ni de densidad seca inicial comprobada ni tras su primera saturación (**Fase 1**).

En la **Fase 2** se establece una presión inicial en el depósito de entrada de 1200 kPa, además de que se realizan escalones de subida y bajada de 500 kPa. Al igual que otros ensayos, este es un ensayo piloto utilizado para establecer un protocolo final. Durante dicha fase, tienen lugar dos episodios de *breakthrough* con unos valores de presión de 2700 y 1400 kPa (Figura V.11). En ambos es posible calcular valores de permeabilidad y los más bajos obtenidos son $6,2 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ y $5,8 \cdot 10^{-15} \text{ m/s}$ para la permeabilidad efectiva y al gas, respectivamente.

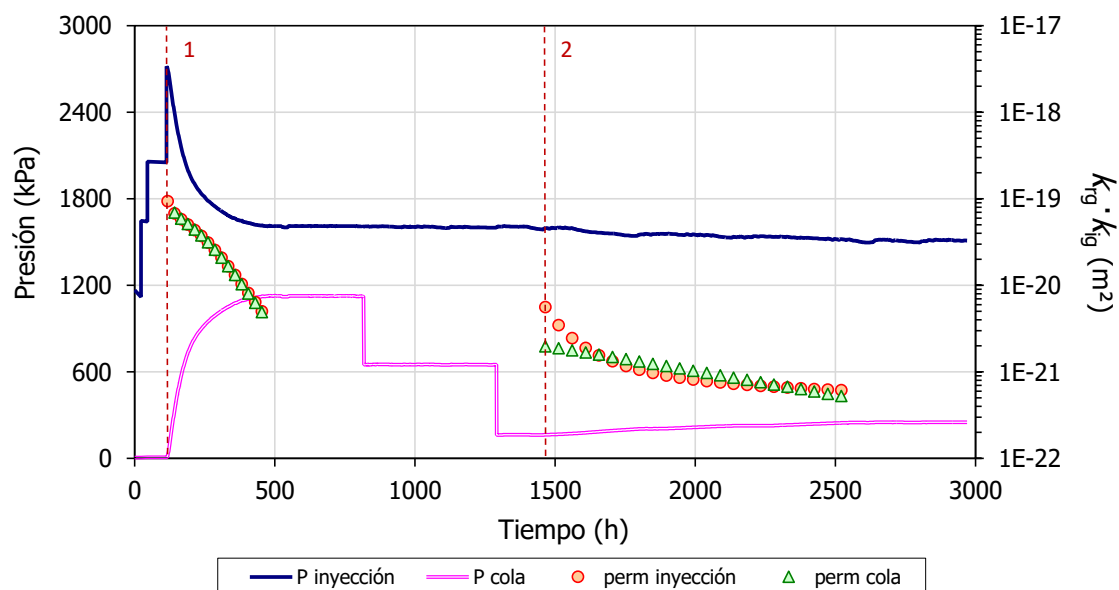


Figura V.11. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo JB1,7_38.

Tras suceder el primer episodio de *breakthrough* el flujo de gas es gradual y tiene lugar de manera simétrica en ambos depósitos (Figura V.12a). En el segundo episodio, la presión de entrada oscila antes y después del *breakthrough* debido a las oscilaciones térmicas del laboratorio (Figura V.12b).

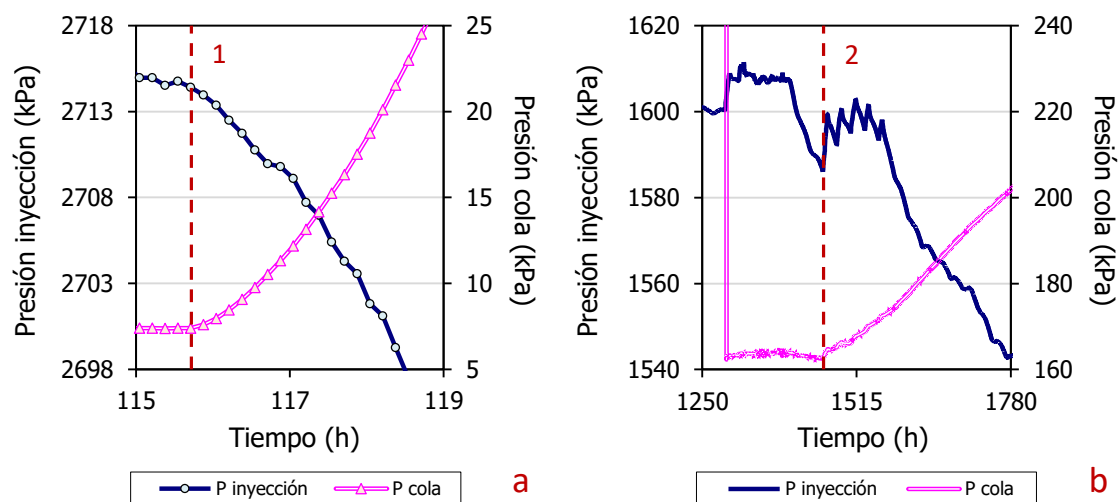


Figura V.12. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo JB1,7_38.

Al ampliar los dos últimos escalones antes de que suceda el primer *breakthrough* se observa que existe un desfase entre el momento en el que comienza a disminuir la presión de gas en el depósito de entrada y el momento en el que se registra un aumento de presión en el depósito de salida (Figura V.13a,b). La fracción de porosidad ocupada por gas antes del episodio es de $\sim 1,52\%$.

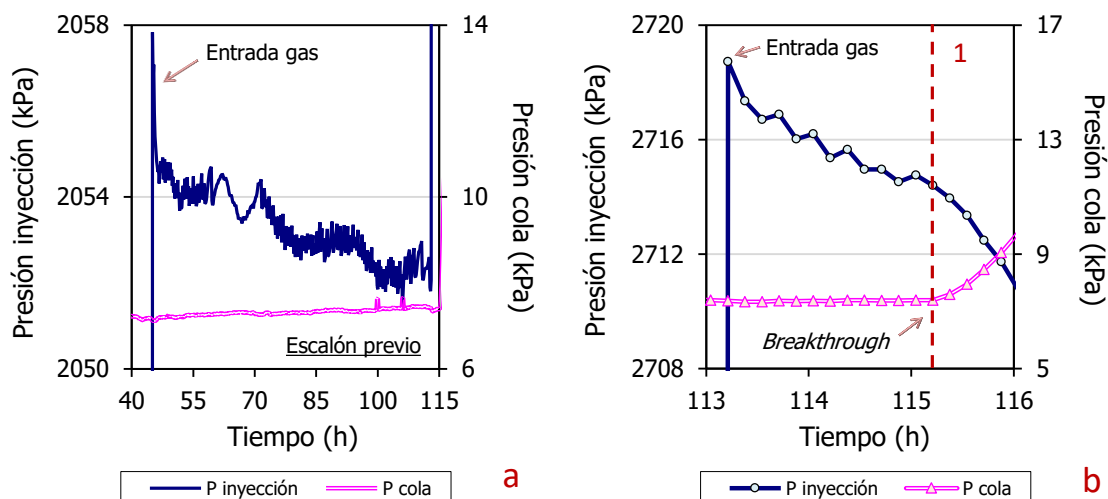


Figura V.13. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al primer episodio de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo JB1,7_38. a) Escalón previo, b) último escalón.

Los valores de presión de *breakthrough* durante la **Fase 4** son de 2800 y 2000 kPa para el primer y segundo episodios, respectivamente. Los valores de permeabilidad efectiva más bajos calculados se encuentran en torno a 10^{-22} m^2 , y los de permeabilidad al gas próximos a $5,1 \cdot 10^{-15} \text{ m/s}$. Es destacable que en el primero de los episodios los valores de permeabilidad prácticamente se estabilizan desde el inicio, a diferencia del patrón común en el que la permeabilidad disminuye gradualmente hasta que cesa el flujo.

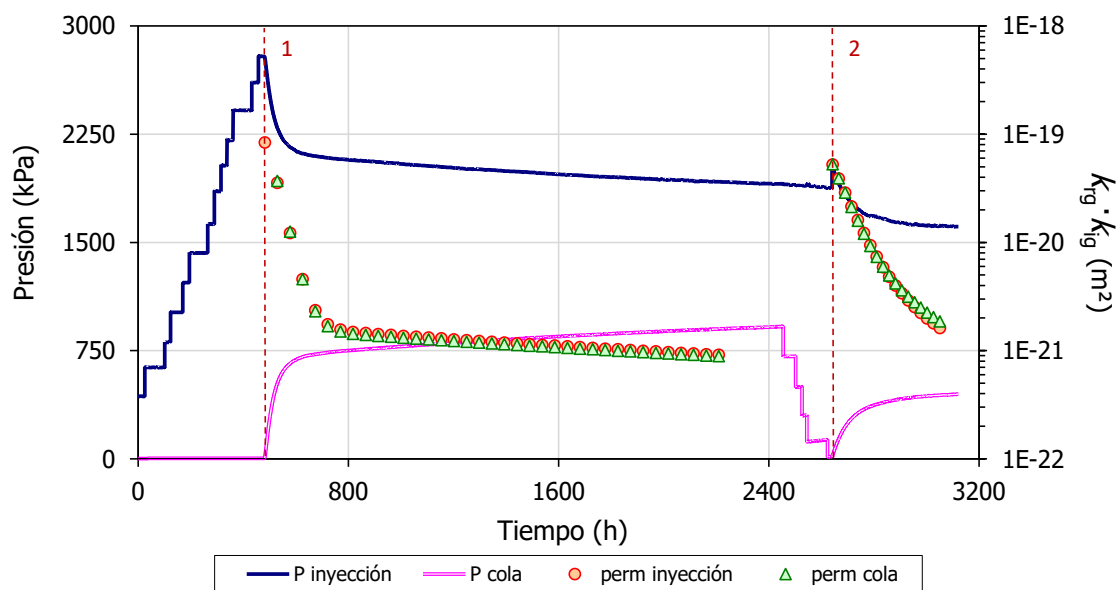


Figura V.14. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo JB1,7_38.

El flujo de gas a través de la muestra tiene lugar de manera gradual en ambos episodios. El cambio de las presiones en ambos depósitos sucede de manera simétrica en el primero de ellos (Figura V.15a). El flujo de gas en el segundo episodio también es simétrico y sucede a las pocas horas de haber realizado el primer escalón de subida (Figura V.15b).

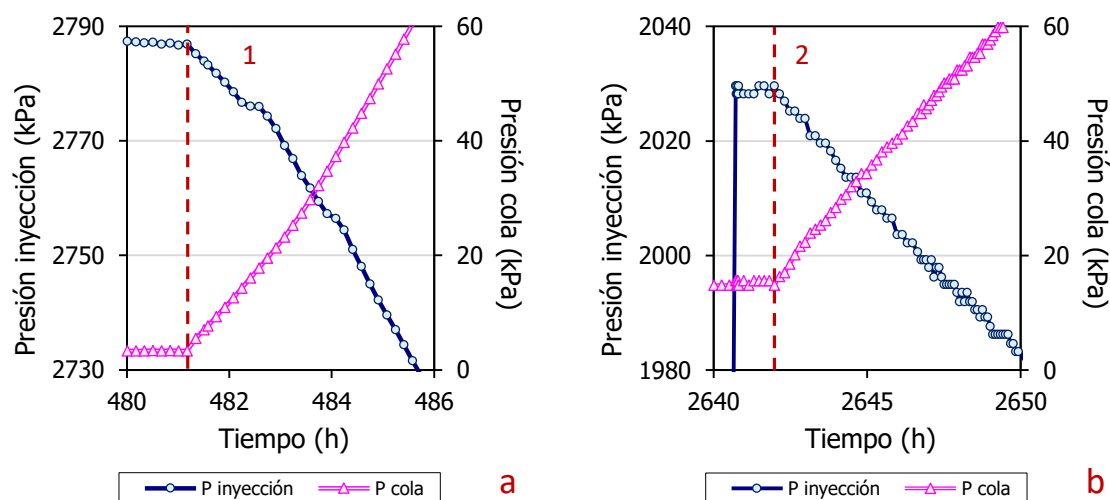


Figura V.15. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,7_38.

Al ampliar el escalón previo al primer episodio se observa una entrada de gas previa al momento de *breakthrough*. En los dos últimos escalones se observa esa tendencia de caída en la presión de entrada a la que se le superponen las variaciones térmicas diarias (Figura V.16a,b). Estas oscilaciones térmicas afectan principalmente a la presión de entrada porque tienen un mayor efecto en presiones más elevadas. La fracción de porosidad ocupada por gas antes del episodio es de $\sim 4,72\%$.

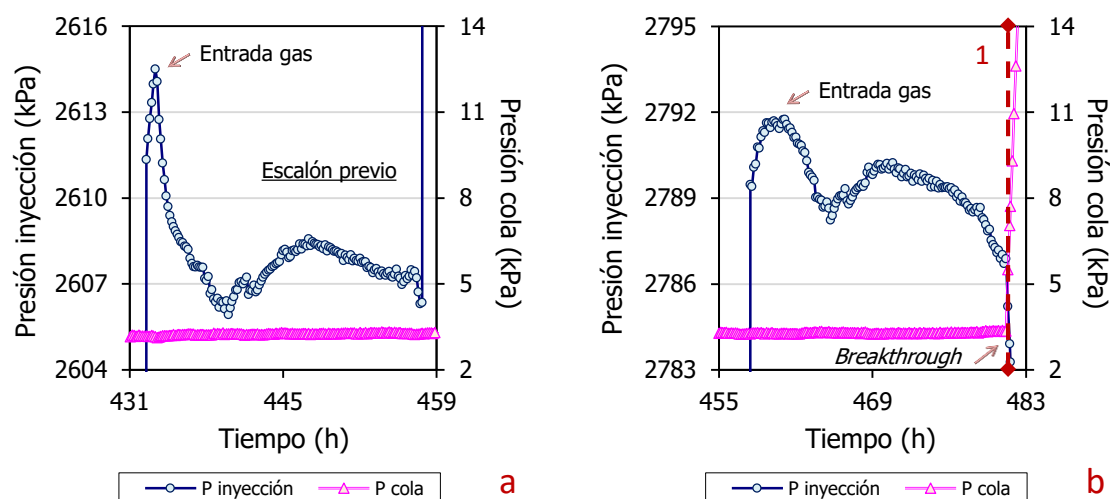


Figura V.16. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en los escalones previos al primer episodio de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,7_38. a) Escalón previo, b) último escalón.

A pesar de la diferente pauta seguida en el aumento de presión en cada una de las fases, los primeros episodios presentan presiones prácticamente iguales (Figura V.17, Tabla V.4). Los episodios de *breakthrough* sucedidos en la **Fase 4** son superiores a los de la **Fase 2** (aunque los primeros con un valor semejante), y a su vez, en cada una de las fases, los primeros son

superiores a los segundos. En cuanto a las presiones residuales, las correspondientes a los segundos episodios son semejantes con un valor de presión de 1150 kPa.

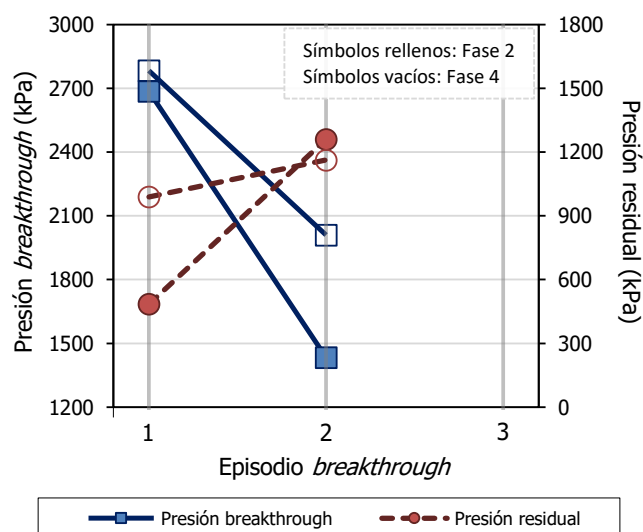


Figura V.17. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,7_38.

Tabla V.4. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,7_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(b) (h)	n _{gas} /n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(c) (h)	Presión residual (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^(d) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2 ^(a)	1	117	1,52	2700	336	500	5,0·10 ⁻²¹	1,39	34,9	100
	2	647	--	1400	1056	1300	6,2·10 ⁻²²			
4	1	481	4,72	2800	1845	1000	9,0·10 ⁻²⁰	1,42	34,6	103
	2	187	--	2000	479	1200	1,7·10 ⁻²¹			

^(a) Fase piloto. ^(b) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(c) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas.

^(d) Mínimo valor.

Los valores de permeabilidad efectiva son semejantes al inicio y van disminuyendo lentamente conforme disminuye la diferencia de presión (Figura V.18). Sin embargo, al final de los episodios, las permeabilidades pasan a disminuir abruptamente para pequeñas variaciones en la diferencia de presión excepto en el primer episodio de la Fase 4, en el que la permeabilidad se mantiene prácticamente constante.

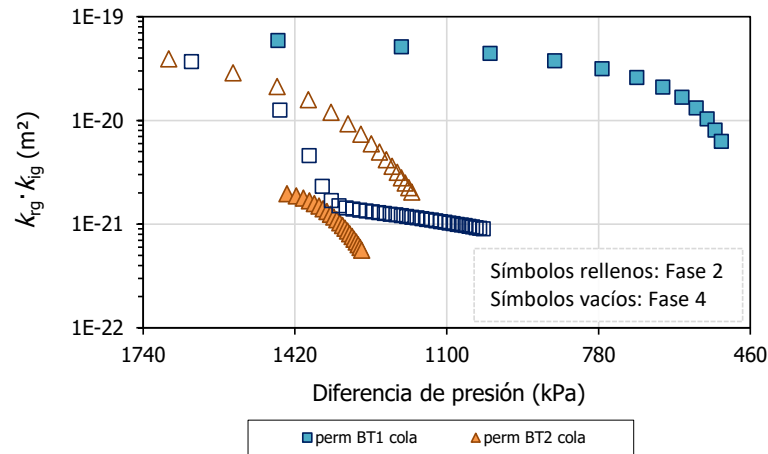


Figura V.18. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión entre los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,7_38 (representado en el sentido del ensayo).

Tras la extracción de la muestra de la celda de acero para su análisis final, es posible delimitar visualmente la zona que pertenece a la junta (Figura V.19). Se observa que los granos de bentonita son de mayor tamaño en la zona de la junta a causa de: (1) el hinchamiento de los granos al entrar en contacto con el agua de saturación y, (1) la disponibilidad de espacio para crecer. La humedad final hallada en secciones muestra que la parte superior de la muestra se encuentra más seca (34,2 %, 1,39 g/cm³) y densa que la inferior (36,0 % y 1,36 g/cm³).



Figura V.19. Ensayo breakthrough: aspecto de la muestra JB1,7_38 tras su extracción de la celda de acero.

V. 3. Ensayo JB1,8_38

Fabricación		Muestra	FEBEX
Sección (cm ²)	11,34	Altura inicial (cm)	5,00 ^(a)
Volumen molde (cm ³)	56,71	Humedad inicial (%)	14,7
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,80	Densidad seca inicial ^(b) (g/cm ³)	1,67 ^(a)
Densidad seca tras compactación (g/cm ³)	1,78 ^(a)	Grado de saturación (%)	65 ^(a)
Presión de compactación (MPa)	63,4	Fecha de fabricación	07/04/11

(a) Sin comprobar.

(b) Densidad seca inicial de las dos secciones juntas tras haber realizado el corte longitudinal.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S _r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	228	29,4	--	--	0,6-0,8	--	--	--	--
Gas breakthrough	112	29,2	1,52	101	8,1	4,7	$3,5 \cdot 10^{-22}$	$2,2 \cdot 10^{-14}$	$1,4 \cdot 10^{-15}$
					6,1	4,4	$1,5 \cdot 10^{-22}$	$5,5 \cdot 10^{-15}$	$9,4 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	203	29,5	1,54	106	0,4-0,6	--	--	--	--
2º gas breakthrough	95	29,2	1,55	106	7,8	5,2	--	--	--
					7,4	5,1	--	--	--
					--	--	--	--	--

(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje						w (%)	ρ _d (g/cm ³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,52±0,01	Humedad final (%) ^(b)	29,2±0,4	Por secciones	Superior	29,6	1,51	101
Peso seco final (g)	94,96	Altura final (cm)	5,46		Media	28,8	1,53	102
					Inferior	29,3	1,52	102

(a), (b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra con interfase (JB) ensayada en celda de 38 mm de diámetro. No se dispone ni de densidad seca inicial comprobada ni tras su primera saturación (**Fase 1**).

Durante la **Fase 2**, el primer episodio de *breakthrough* sucede con un valor de presión de 8100 kPa (Figura V.20). Tras suceder el *breakthrough* se detecta una fuga en el depósito de salida que afecta al depósito de entrada, produciéndose una disminución de presión en ambos. Tras arreglar dicha fuga, se instauran las condiciones previas a la caída de presiones y se toma como inicio para el cálculo de las permeabilidades ese momento (Figura V.20: línea recta). Los valores más bajos calculados son de $3,5 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ y $2,2 \cdot 10^{-14} \text{ m/s}$ para las permeabilidades efectiva y al gas, respectivamente. En el segundo *breakthrough*, con un valor de presión de 6100 kPa, la permeabilidad efectiva más baja obtenida es de $1,5 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ y para la permeabilidad al gas es de $9,4 \cdot 10^{-16} \text{ m/s}$.

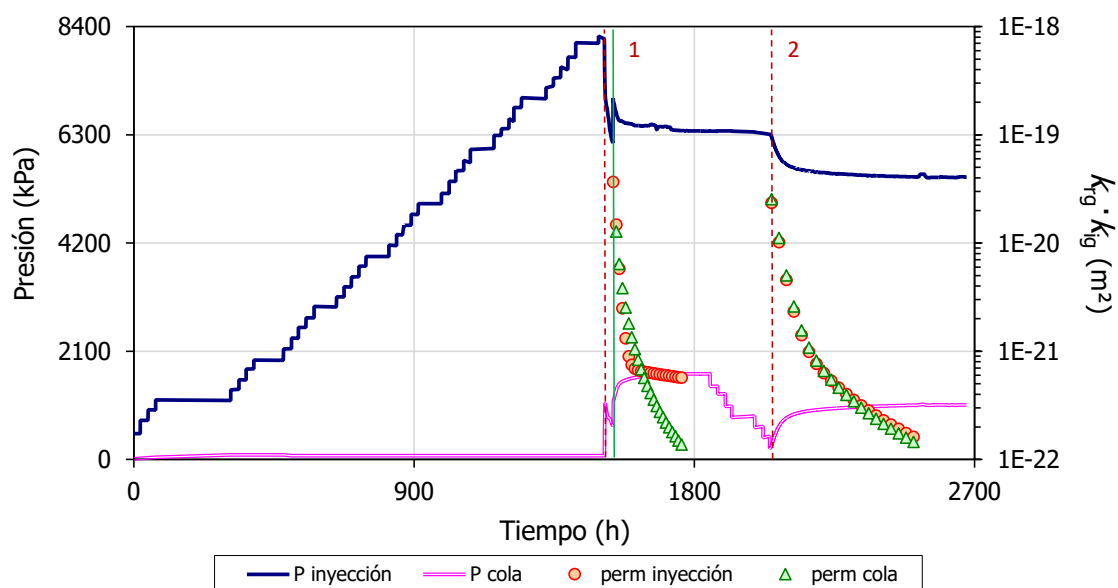


Figura V.20. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo JB1,8_38.

Si se amplía el escalón previo al primer episodio se observa que durante las 18 últimas horas antes de que suceda el *breakthrough* se produce una entrada de gas acumulándose un volumen de $\sim 1,80 \%$ con respecto a la porosidad total de la muestra (Figura V.21a). Posteriormente, el gas pasa de manera simétrica del depósito de entrada al de salida (Figura V.21b). En el segundo episodio, se establece un flujo de gas inicial bajo, tras realizar un escalón de bajada, que pasa a aumentar a las 4 h (Figura V.22). En este último episodio, ya existía un cierto flujo de gas previo.

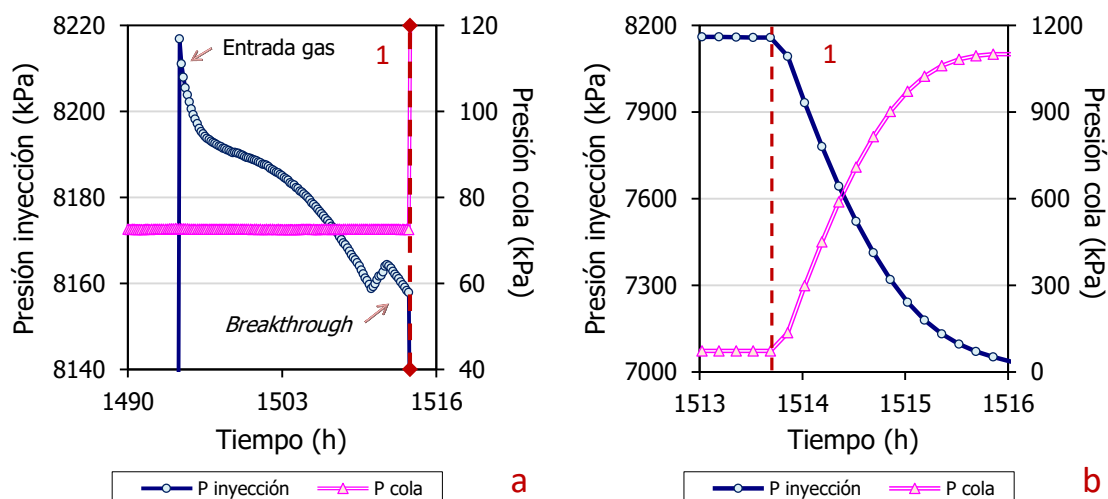


Figura V.21. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del primer episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo JB1,8_38. a) Último escalón, b) momento posterior al breakthrough.

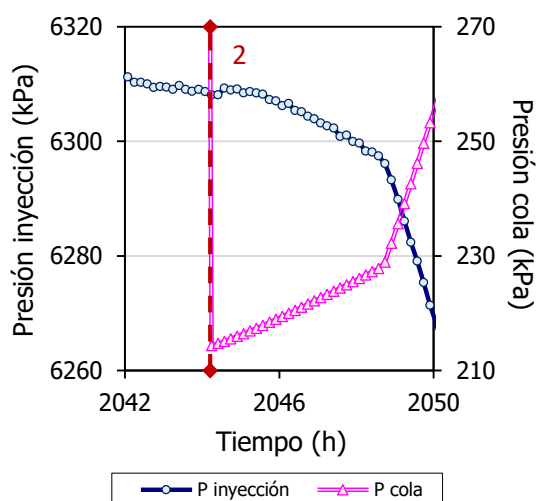


Figura V.22. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del segundo episodio de breakthrough en la Fase 2 del ensayo JB1,8_38.

La permeabilidad efectiva disminuye conforme la diferencia de presión disminuye, y dicho descenso se acentúa cuando la diferencia de presión se mantiene prácticamente constante antes de la estabilización (Figura V.23). Se han representado las permeabilidades de inyección y cola del primer episodio de la Fase 2 porque presentan tendencias muy distintas; mientras la permeabilidad de inyección se mantiene prácticamente constante conforme disminuye la diferencia de presión, la permeabilidad de cola disminuye bruscamente. Tan solo la muestra BT1,6_38 presenta un comportamiento semejante en su primer episodio, y ambas tienen en común el fallo en el depósito de salida que produce la caída de presión en los depósitos de entrada y salida. Por lo tanto, ese cambio en las condiciones podría ser la causa de la diferencia entre las permeabilidades calculadas a partir de cada uno de los depósitos.

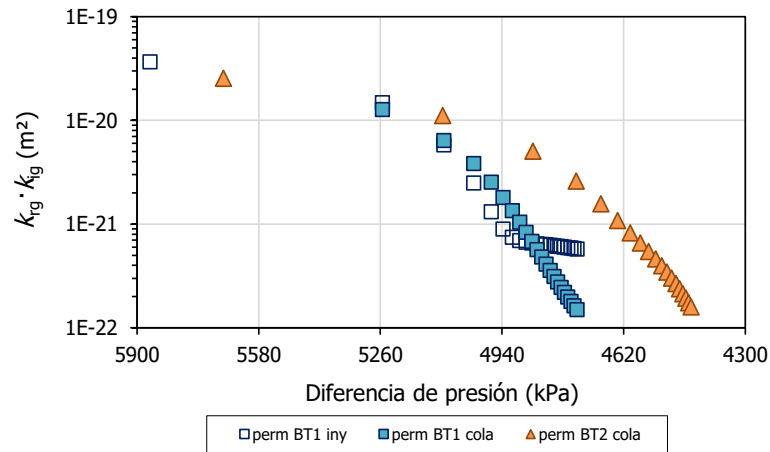


Figura V.23. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión en los depósitos de entrada y salida en la Fase 2 del ensayo JB1,8_38 (representado en el sentido del ensayo).

En la **Fase 4** las presiones de *breakthrough* obtenidas son 7800 y 7400 kPa (Figura V.24). La escasa diferencia en el valor de presión entre ambos episodios probablemente se deba a la instantaneidad del flujo de gas, alterando en menor medida la estructura interna de la muestra. Si se amplían ambos episodios se observa que los cambios en las presiones en los depósitos de entrada y salida tiene lugar de manera simétrica y todo el gas se transporta de un extremo a otro en cuestión de 30 min. En el primer episodio, la tasa de flujo de gas inicial es de 125 kPa/min, y cae a 6 kPa/min transcurridos los primeros 20 min (Figura V.25a). En el segundo episodio la tendencia es semejante, con una tasa de flujo inicial de 107 kPa/min que cae a los 20 min a 6 kPa/min (Figura V.25b).

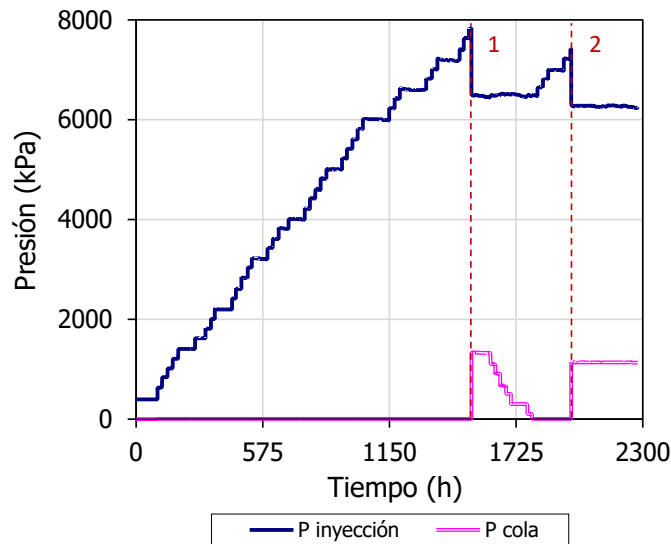


Figura V.24. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 4 del ensayo JB1,8_38.

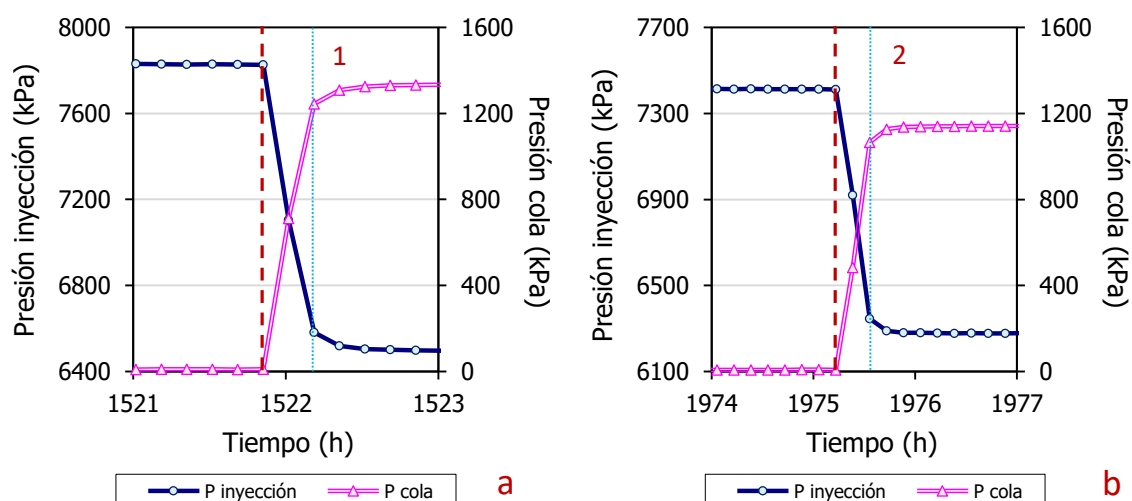


Figura V.25. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,8_38.

No se observa una entrada de gas en ninguno de ellos al ampliar el último escalón realizado en cada uno de los episodios, incluso en el primero de ellos se registra un aumento de la presión en el depósito de entrada debido a un aumento en la temperatura del laboratorio (Figura V.26a,b).

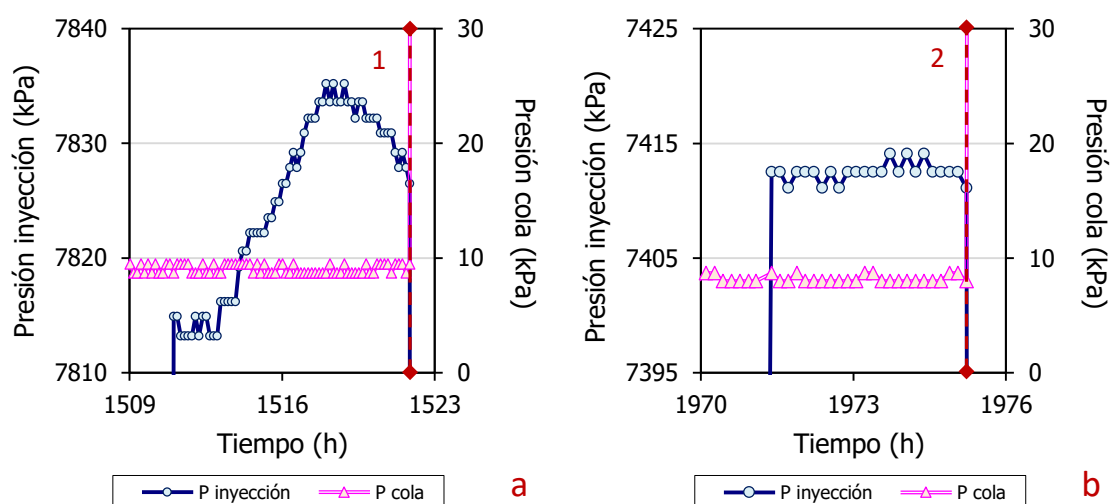


Figura V.26. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,8_38.

Las presiones residuales alcanzadas en los episodios de la **Fase 4** son semejantes entre sí y superiores y superiores a las presiones alcanzadas durante la **Fase 2** (Figura V.27, Tabla V.5). Las presiones de *breakthrough* son superiores en los primeros episodios y el primer episodio de la Fase 2 es ligeramente superior a su correspondiente en el Fase 4.

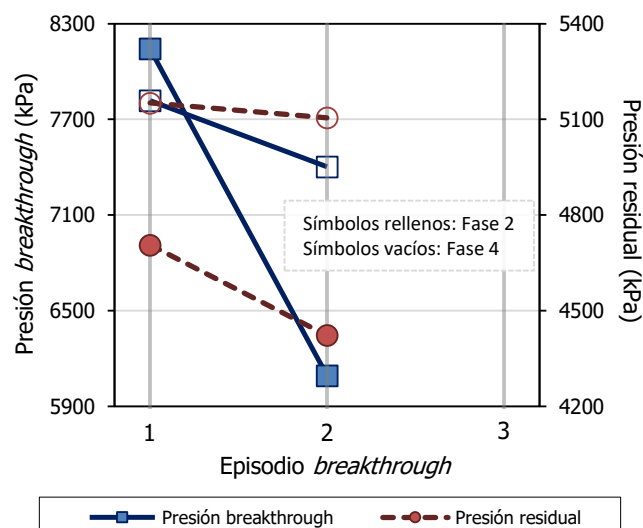


Figura V.27. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,8_38.

Tabla V.5. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,8_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n_{gas}/n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	$k_{\text{ig}} \cdot k_{\text{rg}}$ ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ_d (g/cm ³)	w (%)	S_r (%)
2	1	1539	1,80	8100	284	4700	$3,5 \cdot 10^{-22}$	1,52	29,2	101
	2	197	--	6100	552	4400	$1,5 \cdot 10^{-22}$			
4	1	1522	--	7800	<1	5200	--	1,55	29,2	106
	2	366	--	7400	<1	5100	--			

^(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

Tras extraer la muestra de la celda de acero para proceder al desmontaje, se observa que la junta ha quedado sellada perfectamente (Figura V.28). La muestra presenta un aspecto homogéneo en ambos extremos y lateralmente. Las humedades y densidades analizadas en tres secciones de la muestra muestran que la parte inferior se encuentra ligeramente más seca y densa (29,3 % y 1,52 g/cm³) que la superior (29,6 % y 1,51 g/cm³).

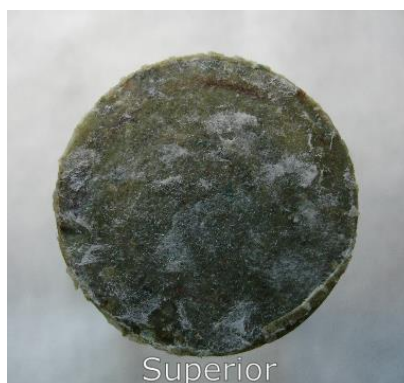


Figura V.28. Ensayo breakthrough: aspecto de la parte superior de la muestra JB1,8_38 tras su extracción de la celda de acero.

V. 4. Ensayo JB1,8_50

Fabricación		Muestra	FEBEX
Sección (cm ²)	19,63	Altura inicial (cm)	4,96
Volumen molde (cm ³)	97,40	Humedad inicial (%)	13,9
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,80	Densidad seca inicial ^(a) (g/cm ³)	1,69
Densidad seca tras compactación (g/cm ³)	1,81	Grado de saturación (%)	63
Presión de compactación (MPa)	70,5	Fecha de fabricación	16/04/12

^(a) Densidad seca inicial de las dos secciones juntas tras haber realizado el corte longitudinal.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S _r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	332	25,5	1,66	110	0,6	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(a)	519	24,6	1,62	99	10,3	2,5	$7,2 \cdot 10^{-23}$	$3,3 \cdot 10^{-15}$	$1,4 \cdot 10^{-15}$
					9,2	4,4	$6,5 \cdot 10^{-23}$	$3,8 \cdot 10^{-15}$	$4,7 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	274	27,3	1,59	105	1,0	--	--	--	--
2º gas breakthrough ^(a)	120	27,0	1,55	99	7,8	4,8	$1,3 \cdot 10^{-22}$	$5,0 \cdot 10^{-15}$	$1,4 \cdot 10^{-15}$
					6,8	5,2	$2,8 \cdot 10^{-23}$	$1,2 \cdot 10^{-15}$	$1,2 \cdot 10^{-16}$
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje				w Exterior (%)	w Interior (%)	w Interior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	S _r (%)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,52±0,01	Por secciones	Superior	27,1	27,3	28,2	1,54	98
Peso seco final (g)	165,03		Media	25,8	26,5	26,9	1,51	90
			Inferior	26,8	27,2	27,3	1,52	95
Altura final (cm)	5,45	Humedad final (%) ^(b)		27,0±0,6			1,52	94

^(a), ^(b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra con interfase (JB) con una densidad seca inicial de $1,69 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 4,96 cm. Esta muestra es representativa de las densidades secas más elevadas analizadas en muestras con junta. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**) con una duración de 332 días, la densidad seca es de $1,66 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 25,5 %.

Durante la **Fase 2** tienen lugar dos episodios de *breakthrough* a 10300 y 9200 kPa, el primero de ellos es el más elevado hasta ahora (Figura V.29). Las permeabilidades efectiva y al gas más bajas obtenidas en el primer episodio son de $7,2 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$ y $1,4 \cdot 10^{-15} \text{ m/s}$, respectivamente. Durante la fase de estabilización del primer episodio de *breakthrough* se produjo un fallo en el sistema de refrigeración del laboratorio que afectó a las presiones de los depósitos de entrada y salida (Figura V.29, recuadro).

Al mes y medio de suceder el segundo *breakthrough*, la tasa de flujo de gas aumenta temporalmente durante 20 días aproximadamente para, a continuación, retomar su tendencia inicial. En este segundo episodio se han calculado permeabilidades para el tramo anterior y posterior al cambio en el flujo de gas. Las permeabilidades efectivas correspondientes al primer tramo siguen tendencias contrarias inicialmente, pero tienden a confluir en un único punto. En el siguiente tramo, las permeabilidades efectivas siguen tendencias semejantes, pero difieren en el valor. A pesar de las tendencias tan variopintas obtenidas en dicho episodio, las permeabilidades efectivas presentan valores semejantes. En este caso no ha habido ningún problema en el sistema que pueda ser el causante de las diferentes permeabilidades efectivas calculadas como sucedía en otros ensayos. En dicha muestra, la modificación en las trayectorias de paso de gas (nuevas aperturas o ensanchamiento de las existentes) puede ser la causa de las diferentes permeabilidades efectivas obtenidas en un extremo y otro. Se decide finalizar el ensayo antes de su completa estabilización debido al largo periodo de tiempo invertido desde el inicio del ensayo.

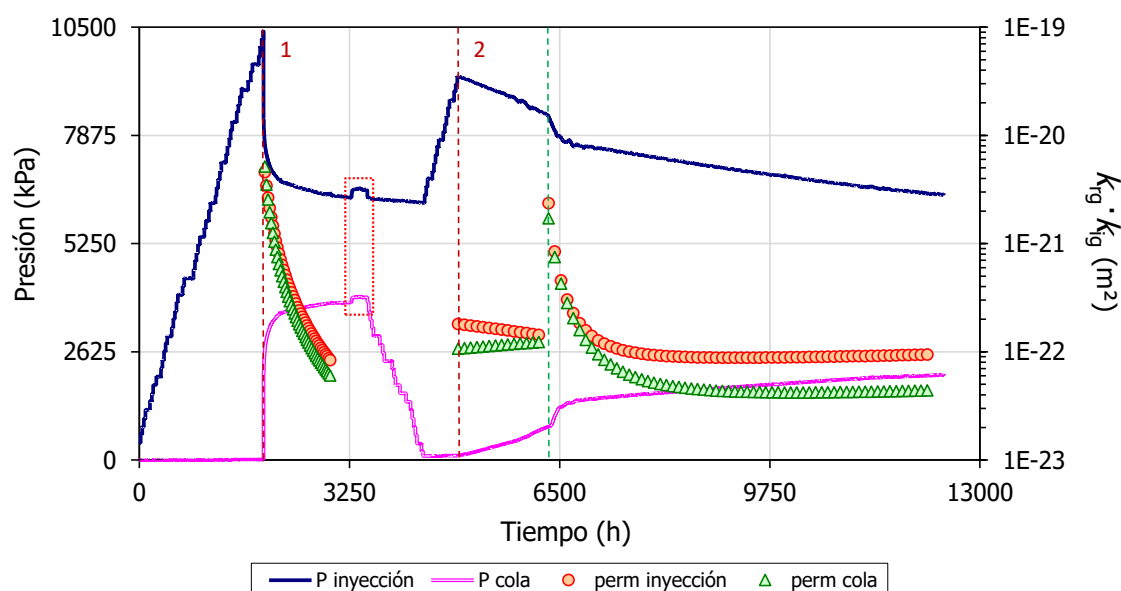


Figura V.29. Ensayo *breakthrough*: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 2 del ensayo JB1,8_50.

La tasa de flujo de gas inicial en el primer episodio de *breakthrough* es de 150 kPa/min, y experimenta una disminución significativa a la media hora (Figura V.30a). Al ampliar el

segundo episodio se observa que el *breakthrough* tiene lugar en el momento en el que se realiza el último escalón debido a que previamente existía un leve flujo de gas a través de la muestra (Figura V.30b).

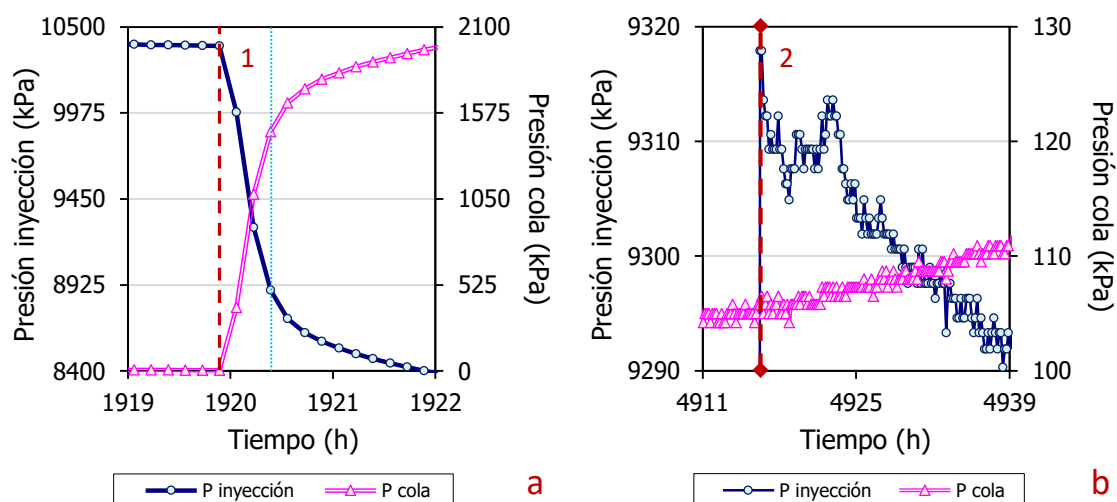


Figura V.30. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo JB1,8_50.

El primer episodio sucede a las 2 h aproximadamente de haber realizado el último escalón (Figura V.31a). En este último, se observa una entrada de gas a la muestra antes de que se produzca el *breakthrough* con un volumen total de $\sim 3,16\%$ con respecto a la porosidad total de la muestra. En el caso del segundo episodio, el flujo de gas comienza a pasar en el momento en el que se realiza el último escalón a causa del leve flujo de gas existente en el escalón previo (Figura V.31b). En un par de escalones previos se ha registrado entrada de gas con un volumen de $\sim 0,81\%$ con respecto a la porosidad total de la muestra.

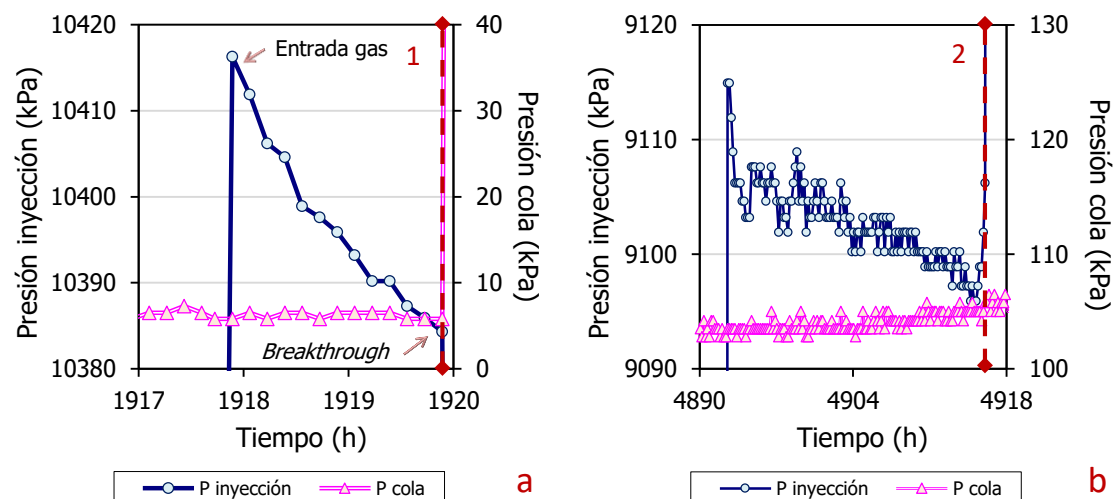


Figura V.31. Ensayo *breakthrough*: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de *breakthrough* en la Fase 2 del ensayo JB1,8_50.

Tras la **Fase 3** se realizan una serie de medidas de permeabilidad al agua. El valor promedio de permeabilidad al agua y las condiciones fijadas en los ensayos vienen reflejados en la Tabla V.6. En la Figura V.32 se observa el aspecto que presenta la muestra JB1,8_50 tras el ensayo de permeabilidad al agua. Las imágenes muestran el aspecto homogéneo de ambas superficies.

Tabla V.6. Ensayo breakthrough: resultados de los ensayos de permeabilidad al agua en la Fase 3 del ensayo JB1,8_50.

Carga hidráulica (kPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s) ^(a)	k_{iw} (m ²) ^(a)	Temperatura (°C)
300-400	600-800	$5,36 \cdot 10^{-14}$	$5,46 \cdot 10^{-21}$	22

^(a) Valor promedio del conjunto de permeabilidades al agua obtenidas.

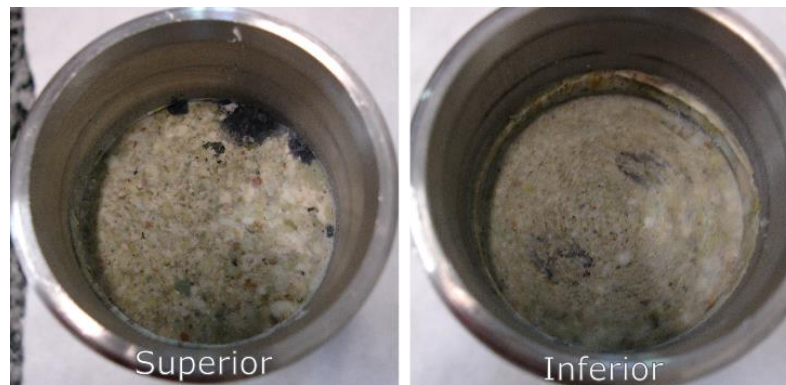


Figura V.32. Ensayo breakthrough: aspecto la zona superior e inferior de la muestra JB1,8_50 tras el segundo ensayo de saturación (Fase 3).

Durante la **Fase 4** suceden dos episodios de *breakthrough* con presiones de 7800 kPa y 6800 kPa para el primero y segundo, respectivamente (Figura V.33). Las permeabilidades efectivas y al gas más bajas obtenidas son próximas a $2,8 \cdot 10^{-23}$ m² y $1,2 \cdot 10^{-16}$ m/s, respectivamente.

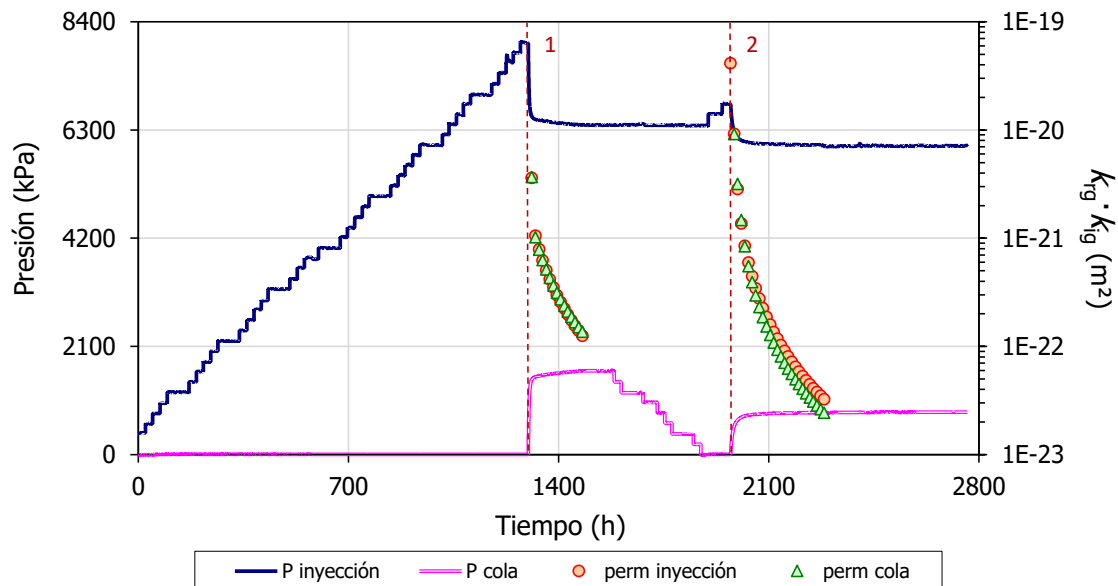


Figura V.33. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida, y permeabilidad efectiva en la Fase 4 del ensayo JB1,8_50.

El flujo de gas tras suceder el *breakthrough* es gradual en ambos (Figura V.34a,b) a pesar de que en el gráfico general (Figura V.33) parece que tienen lugar de manera más rápida.

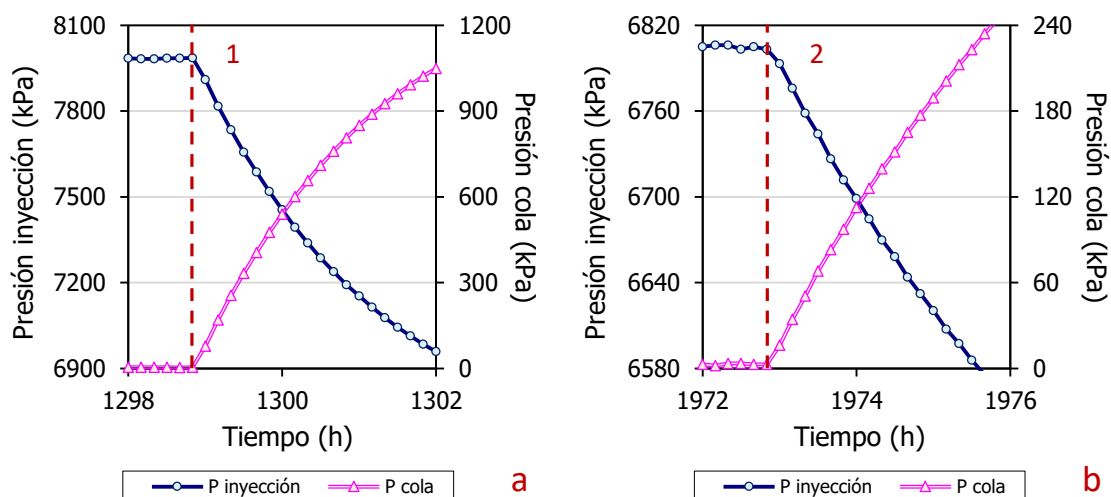


Figura V.34. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,8_50.

En la Figura V.35 se observa que ambos suceden al día y medio de haber realizado el último escalón. El primer episodio registra una entrada de gas previa al *breakthrough* con un volumen total de $\sim 1,93$ % con respecto a la porosidad total de la muestra (Figura V.35a). En el segundo también se registra una entrada de gas previa más modesta que el primero con un volumen de $\sim 0,34$ % con respecto a la porosidad total (Figura V.35b).

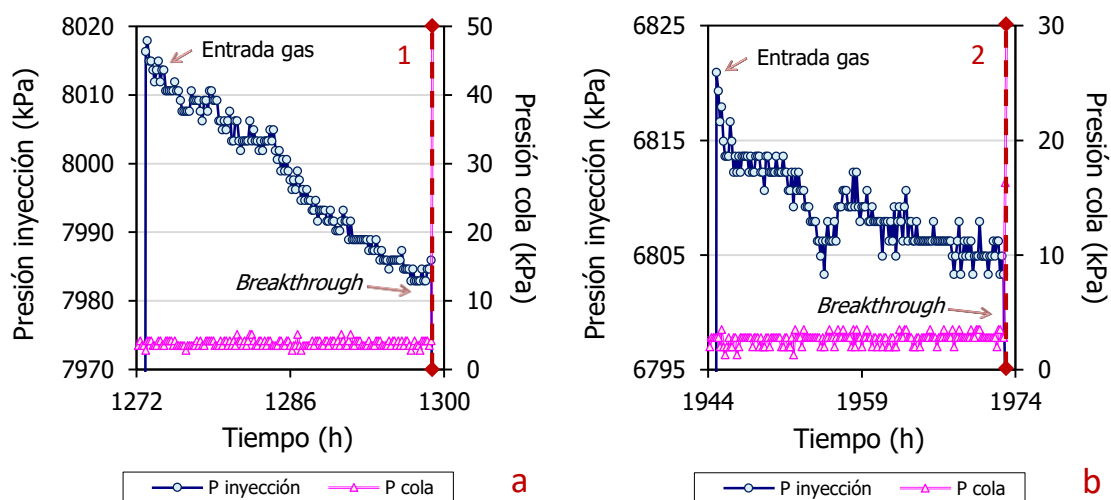


Figura V.35. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 4 del ensayo JB1,8_50.

En esta muestra las presiones de *breakthrough* de los episodios de la **Fase 2** son superiores a sus correspondientes en la **Fase 4** (Figura V.36, Tabla V.7). Sin embargo, las presiones residuales presentan un comportamiento contrario, siendo mayores las obtenidas en la Fase 4 frente a las de la Fase 2. Las presiones residuales obtenidas en los segundos episodios son superiores a sus correspondientes en los primeros episodios.

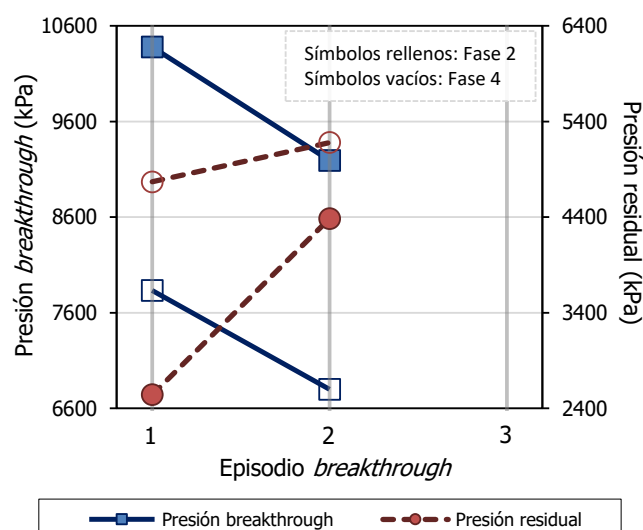


Figura V.36. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,8_50.

Tabla V.7. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,8_50.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n _{gas} /h (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2	1	1920	3,16	10300	1076	2500	7,2·10 ⁻²³	1,62	24,6	99
	2	1382	0,81	9200	--	4400	6,5·10 ⁻²³			
4	1	1299	1,93	7800	180	4800	1,3·10 ⁻²²	1,55	27,0	99
	2	388	0,34	6800	312	5200	2,8·10 ⁻²³			

^(a) Tiempo previo al breakthrough (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

Para el segundo episodio de *breakthrough* de la Fase 2 se han representado los dos conjuntos de permeabilidades calculadas antes y después de ese cambio de tendencia que se observaba en el gráfico general (Figura V.37). En dicho episodio, la permeabilidad efectiva inicial se encuentra en torno a un orden de magnitud de 10⁻²² m², y registra un ligero aumento conforme disminuye la diferencia de presión. El cambio brusco en la tendencia de las presiones de entrada y salida (visto en el gráfico general) se traduce en un aumento de la permeabilidad en un orden de magnitud (10⁻²¹ m²) que luego disminuye hasta 10⁻²³ m². El aumento en la permeabilidad durante un episodio se podría interpretar como un agrandamiento de las trayectorias inicialmente establecidas y/o creación de nuevos caminos. Las permeabilidades calculadas en la Fase 4 disminuyen de manera rápida en prácticamente el mismo valor de diferencia de presión. En este caso, el flujo de gas parece que tiene lugar de manera más rápida en un rango de diferencia de presión limitado.

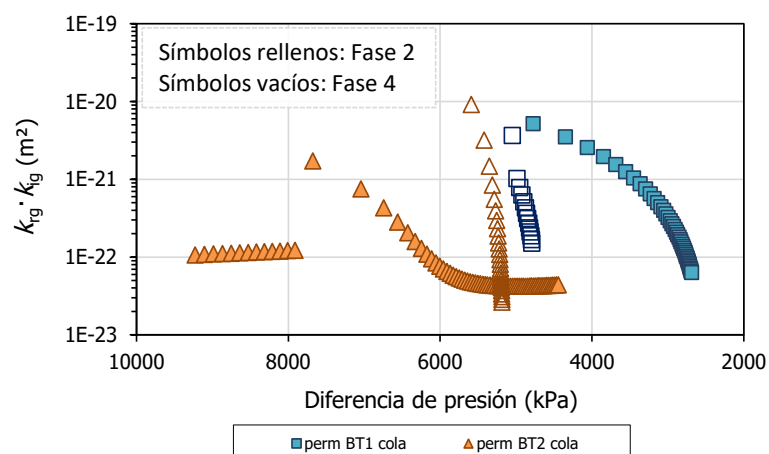


Figura V.37. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión en los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 y 4 del ensayo JB1,8_50 (representado en el sentido del ensayo).

Tras el desmontaje, la humedad es prácticamente constante en todas las secciones analizadas (superior, media, inferior, exterior e interior). Se podría decir que las secciones centrales sí se encuentra ligeramente más secas que las superior e inferior, y que la zona interna es un poco más húmeda que la externa.

En la muestra JB1,8_50 se realizaron porosimetrías por intrusión de mercurio en tres secciones (superior, media e inferior). En la Figura V.38, la familia situada en el rango de la macroporosidad parece desdibujarse en dos familias diferentes, sobre todo, en la parte superior de la muestra. El conjunto de secciones presenta porcentajes de macro, meso y microporosidad semejantes (Tabla V.8). Sin embargo, la sección media presenta una moda, en el rango de macroporosidad, mucho más elevada que la parte superior e inferior. La moda en el rango de mesoporos es semejante entre los dos extremos y ligeramente más pequeña en la sección central.

Tabla V.8. Ensayo breakthrough: resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio del ensayo JB1,8_50.

JB1,8_50	ρ_d (g/cm ³)	w (%)	>50 nm	Moda (nm)	50-7 nm	Moda (nm)	<7 nm
			Macro (%)		Meso (%)		Micro ^(a) (%)
SUPERIOR	1,54	28,2	34	23154	20	15	46
MEDIA	1,51	26,9	31	412830	19	10	50
INFERIOR	1,52	27,3	34	43333	20	15	46

^(a) Se considera microporosidad por debajo del límite de detección del porosímetro (7 nm) aunque el valor real es de 2 nm.

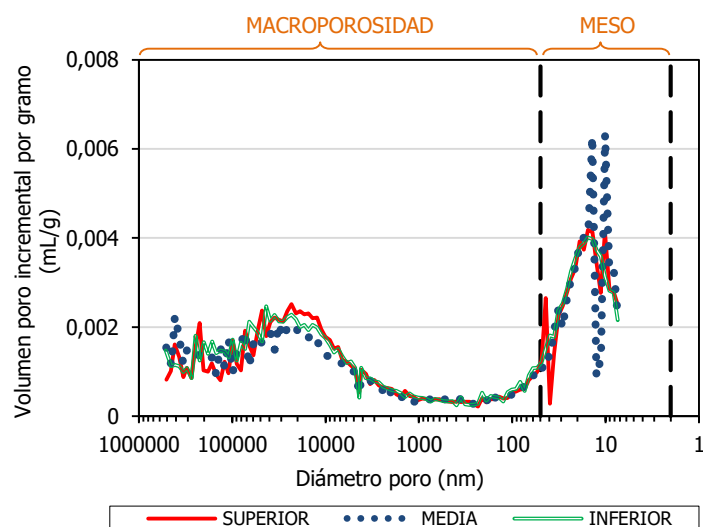


Figura V.38. Ensayo breakthrough: distribución del diámetro de poro en las partes superior, media e inferior de la muestra tras el desmontaje del ensayo JB1,8_50.

V. 5. Ensayo JB1,9_38

Fabricación		Muestra	FEBEX
Sección (cm ²)	11,34	Altura inicial (cm)	5,28
Volumen molde (cm ³)	59,86	Humedad inicial (%)	13,9
Densidad seca nominal (g/cm ³)	1,90	Densidad seca inicial ^(a) (g/cm ³)	1,65
Densidad seca tras compactación (g/cm ³)	1,80	Grado de saturación (%)	59
Presión de compactación (MPa)	96,3	Fecha de fabricación	29/01/13

^(a) Densidad seca inicial de las dos secciones juntas tras haber realizado el corte longitudinal.

Ensayos	Duración (días)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Sat/BT ^(c) P (MPa)	D P ^(d) (MPa)	$k_{ig} \cdot k_{rg}$ (m ²)	k_g Entrada (m/s)	k_g Salida (m/s)
Saturación inicial	826	26,5	1,60	103	0,2-0,6	--	--	--	--
Gas breakthrough ^(a)	118	26,1	1,58	100	10,0	4,8	$2,3 \cdot 10^{-21}$	$9,8 \cdot 10^{-14}$	$4,0 \cdot 10^{-14}$
					9,0	6,5	$7,6 \cdot 10^{-22}$	$3,5 \cdot 10^{-14}$	$6,0 \cdot 10^{-15}$
					--	--	--	--	--
2º saturación	184	26,8	1,60	105	0,4-2,3	--	--	--	--
2º gas breakthrough	--	--	--	--	--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--
					--	--	--	--	--

^(a) Flujo en el sentido de la superficie de compactación.

^(b) Flujo en el sentido opuesto a la superficie de compactación.

^(c) Según el ensayo que corresponda, presión de saturación o *breakthrough*.

^(d) Diferencia de presión a la cual deja de haber flujo de gas (presión residual).

Desmontaje				w Interior (%)	w Exterior (%)	w Exterior (%)	ρ_d Interior (g/cm ³)	ρ_d Exterior (g/cm ³)
Densidad seca final (g/cm ³) ^(a)	1,56±0,02	Por secciones	Superior	27,7	27,2	27,1	1,54	1,56
Peso seco final (g)	98,96		Media	26,2	26,0	25,8	1,59	1,56
			Inferior	26,8	26,8	27,2	1,56	1,52
Altura final (cm)	5,53	Humedad final (%) ^(b)		26,8±0,6			1,56	1,55

^(a), ^(b) Valor promedio de las densidades secas y humedades obtenidas en las diferentes secciones tras el desmontaje ± la desviación estándar de la media.

Se trata de una muestra con interfase (JB) con una densidad seca inicial de $1,65 \text{ g/cm}^3$ ensayada en celda de 38 mm de diámetro y una altura inicial de 5,28 cm. Esta muestra es representativa de las densidades secas más elevadas analizadas en muestras con junta. Tras el primer ensayo de saturación (**Fase 1**) con una duración de 826 días, la densidad seca es de $1,60 \text{ g/cm}^3$ y la humedad de 26,5 %.

Durante la **Fase 2** sucedieron dos episodios de *breakthrough* de 10000 y 9000 kPa. En la Figura V.39 parece que ambos episodios son instantáneos, pero al ampliarlos (Figura V.40a,b) se observa que se produce un flujo de gas gradual entre ambos extremos durante un corto periodo de tiempo. Por lo tanto, ha sido posible el cálculo de permeabilidades con un valor de $2,3 \cdot 10^{-21}$ y $7,6 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ para el primer y segundo episodios, respectivamente. En cuanto a las permeabilidades al gas, el valor más bajo obtenido es de $6,0 \cdot 10^{-15} \text{ m/s}$.

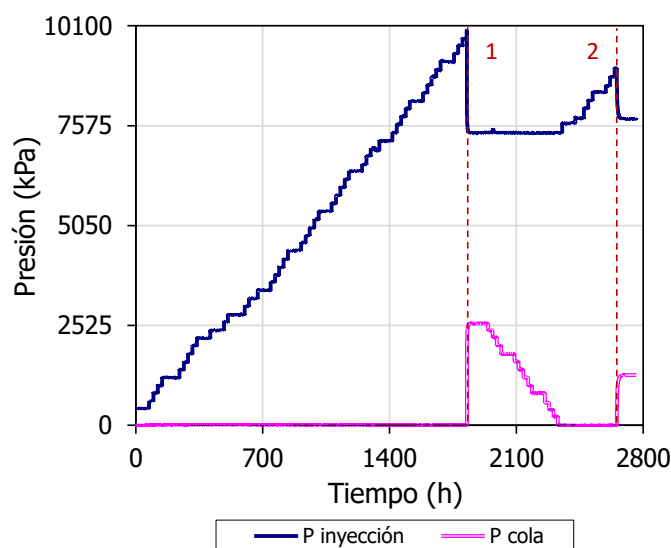


Figura V.39. Ensayo breakthrough: evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en la Fase 2 del ensayo JB1,9_38.

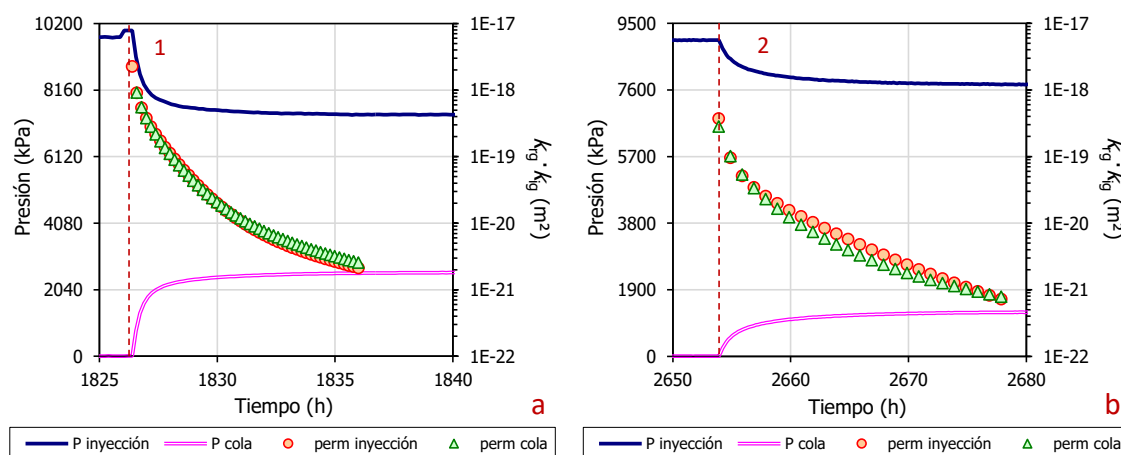


Figura V.40. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida del primer (a) y segundo (b) episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo JB1,9_38.

Ambos episodios presentan un flujo de gas más elevado al principio que disminuye gradualmente conforme avanza el tiempo. El primero de ellos presenta un flujo de gas inicialmente más elevado (Figura V.41a) con respecto al segundo episodio (Figura V.41b).

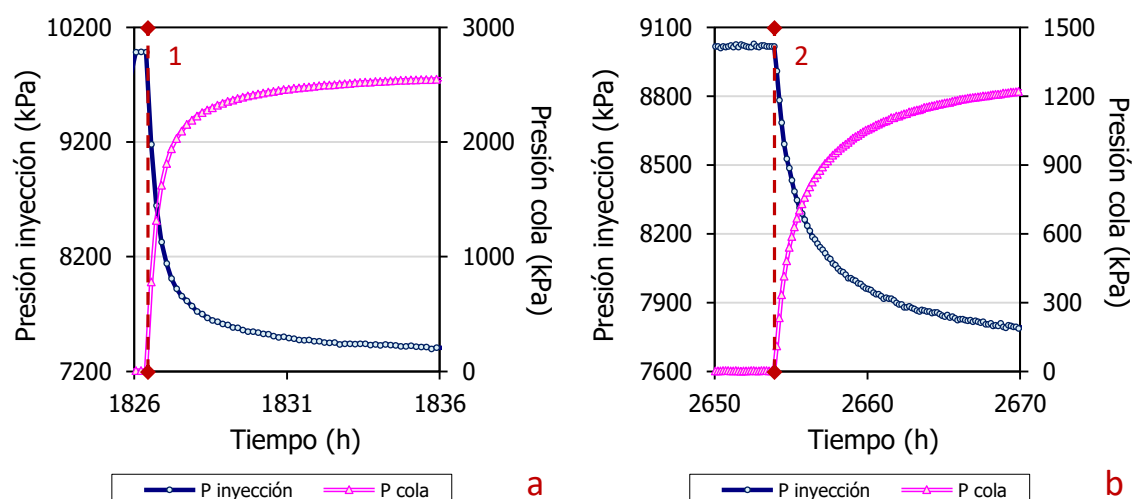


Figura V.41. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida de los dos episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo JB1,9_38.

Al ampliar el último escalón del primer *breakthrough*, este tiene lugar a los 20 min de haber realizado el aumento de presión en el depósito de entrada (Figura V.42a). Sin embargo, en el segundo episodio, el *breakthrough* sucede a las horas (~10 h, Figura V.42b). En ninguno de ellos se observa una entrada de gas previa.

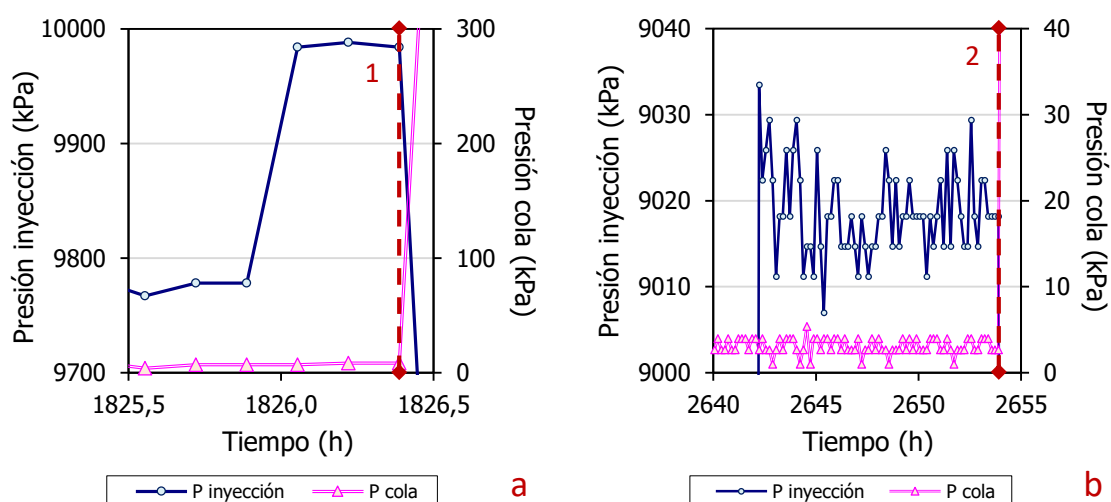


Figura V.42. Ensayo breakthrough: ampliación de la evolución de las presiones en los depósitos de entrada y salida en el momento previo a los episodios de breakthrough en la Fase 2 del ensayo JB1,9_38.

Las permeabilidades disminuyen conforme la diferencia de presión se hace cada vez más pequeña (Figura V.43). Este hecho equivale a una disminución en el flujo de gas a causa de la disminución de la presión en el depósito de entrada y aumento en el de salida.

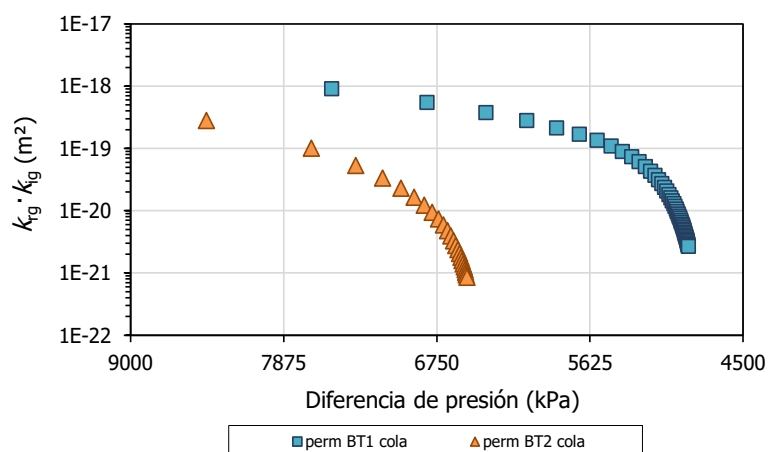


Figura V.43. Ensayo breakthrough: permeabilidad efectiva frente a la diferencia de presión en los depósitos de entrada y salida en las Fases 2 del ensayo JB1,9_38 (representado en el sentido del ensayo).

En cuanto a la presión residual obtenida tras el primer episodio es mucho más baja que la correspondiente al segundo (Figura V.44, Tabla V.9). Como se ha ido comentado a lo largo de este apartado, las presiones residuales, en muchos de los casos, aumentan conforme van sucediendo episodios de *breakthrough*.

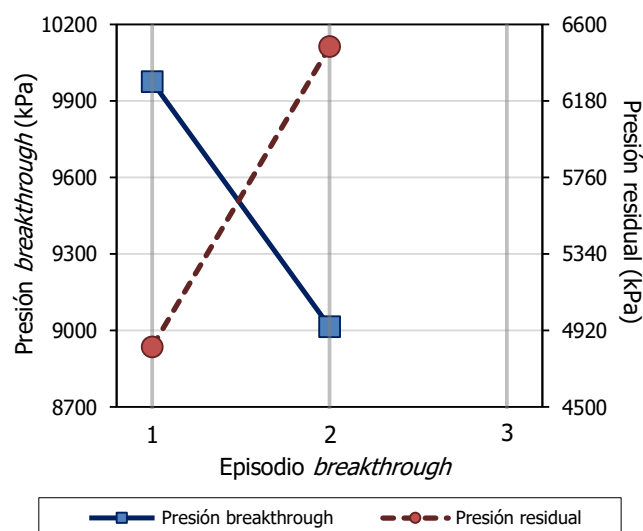


Figura V.44. Ensayo breakthrough: presión de breakthrough y residual de los episodios de breakthrough de las Fases 2 del ensayo JB1,9_38.

Tabla V.9. Ensayo breakthrough: parámetros analizados en la Fase 2 del ensayo JB1,9_38.

Fase	Nº BT	Tiempo PreBT ^(a) (h)	n _{gas} /n (%)	Presión BT (kPa)	Tiempo PostBT ^(b) (h)	Presión residual (kPa)	k _{ig} ·k _{rg} ^(c) (m ²)	Tras finalizar Fase		
								ρ _d (g/cm ³)	w (%)	S _r (%)
2	1	1826	--	10000	10	4800	1,7·10 ⁻²³	1,58	26,1	100
	2	711	--	9000	24	6500	1,7·10 ⁻²³			

^(a) Tiempo previo al *breakthrough* (BT). ^(b) Tiempo posterior al BT hasta el cese de flujo de gas. ^(c) Mínimo valor.

Antes de finalizar los ensayos de saturación (**Fases 1 y 3**) se mide la permeabilidad al agua en dicha muestra. En la Tabla V.10 vienen reflejadas las permeabilidades y las condiciones fijadas para cada uno de los ensayos.

Tabla V.10. Ensayo breakthrough: resultados de los ensayos de permeabilidad al agua de las Fases 1 y 3 del ensayo JB1,9_38.

Fase	Carga hidráulica (kPa)	Gradiente hidráulico (cm/cm)	k_w (m/s)	k_{iw} (m ²)	Temperatura (°C)
1	1400	2632	$1,82 \cdot 10^{-14}$	$1,85 \cdot 10^{-21}$	24
3	1800	3295	$2,09 \cdot 10^{-14}$	$2,13 \cdot 10^{-21}$	21

Tras el desmontaje, se analizaron las humedades y densidades secas de la zona interna de la junta y de la zona externa en tres secciones (superior, media e inferior). El promedio de humedades de la parte superior (27,3 %) muestran que la muestra está más húmeda por este extremo que por el inferior con un promedio de 26,9 %. No se observa ningún tipo de gradación en la humedad y densidad externa e interna de la muestra destacable.

En la Figura V.45 se observa la evolución en el aspecto de las partes superior e inferior desde el inicio hasta el desmontaje. Se puede apreciar como la junta va desapareciendo conforme la muestra se ve sometida a los ensayos de saturación, volviéndose prácticamente irreconocible en el estadio final. En la Figura V.46 puede verse la superficie lateral prácticamente homogénea.

Tras el corte de las dos secciones



Tras primer ensayo saturación (Fase 1)



Etapa final: desmontaje

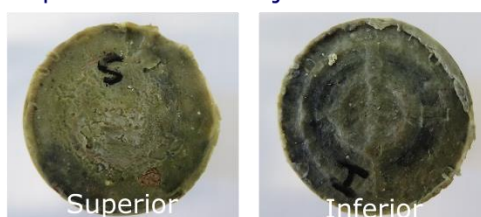


Figura V.45. Ensayo breakthrough: vista de la muestra JB1,9_38 tras introducir las dos secciones cortadas en el interior de la celda (imágenes superiores), aspecto de ambos extremos tras el primer ensayo de saturación (imágenes centrales) y tras extraerlas de la celda de acero (imágenes inferiores).

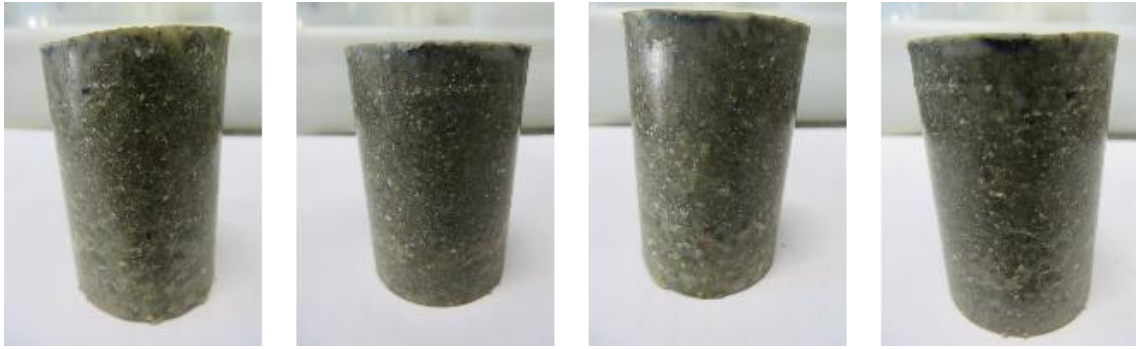


Figura V.46. Ensayo breakthrough: vista lateral de la muestra JB1,9_38 tras su extracción de la celda de acero.